

**UNIVERSIDAD CATÓLICA DE SANTA MARÍA**  
**PROGRAMA PROFESIONAL DE INGENIERÍA MECÁNICA, MECÁNICA ELÉCTRICA Y**  
**MECATRÓNICA**



**“ELABORACIÓN Y CARACTERIZACIÓN MECÁNICA DE UN MATERIAL COMPUESTO  
EN BASE A MATRIZ TERMOPLÁSTICO DE ACIDO POLILACTICO (PLA) CON  
REFUERZO DE FIBRAS NATURALES”**

**TESIS PRESENTADA POR LOS BACHILLERES:**

- **TORRES CONCHA STEIN; BRUNO**
- **CENTENO SALAMANCA; DENNYS**

**PARA OPTAR POR EL TÍTULO DE:  
INGENIERO MECÁNICO ELECTRICISTA E  
INGENIERO MECÁNICO.**

**AREQUIPA PERU**

**-2014 -**

## INDICE

**INDICE CAPITULOS**

**INDICE DE TABLAS**

**INDICE DE FIGURAS**

**RESUMEN**

**ABSTRACT**

**OBEJTIVOS**

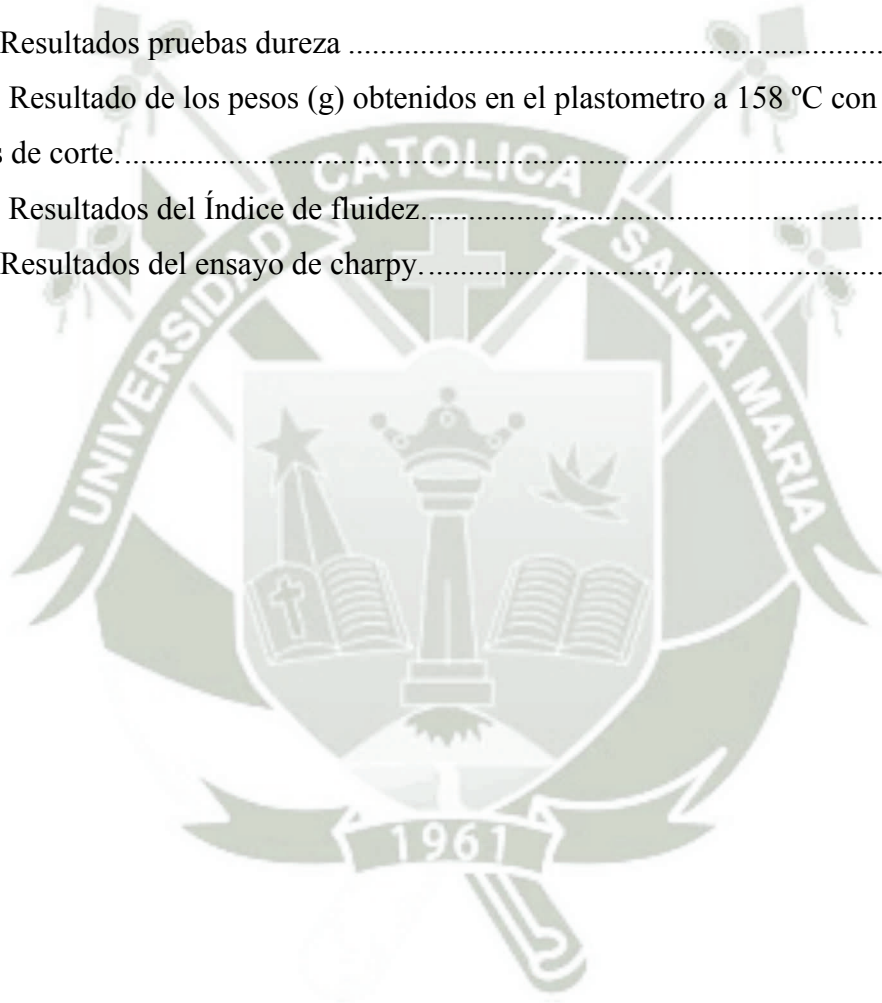
**JUSTIFICACION**



## INDICE DE TABLAS

Tabla 1.1 Factores estructurales que afectan la temperatura de transición vítrea .....	16
Tabla 1.2 Temperatura de transición vítrea y de fusión de polímeros de uso frecuente .....	30
Tabla 1.3 Propiedades mecánicas del Polímero .....	40
Tabla 1.4 Propiedades físicas de fibras naturales .....	44
Tabla 2.1: Descripción general del equipo de ensayo de tracción.....	59
Tabla 2.2: Descripción general del durómetro Shore D .....	61
Tabla 2.3: Descripción general del equipo de Charpy .....	62
Tabla 2.4: Descripción general del equipo de Flexión .....	63
Tabla 2.5. Mallas Usadas para el Tamizado.....	65
Tabla 2.6. Relación de Porcentajes y Pesos de los materiales en cada mezcla .....	66
Tabla 2.7: Carga (N) inicial y final para pruebas de dureza en varias escalas. ....	78
Tabla 2.8: Resumen de ensayos .....	81
Tabla 3.1: Análisis granulométrico del meollo .....	82
Tabla 3.2: Análisis granulométrico de la corteza .....	82
Tabla 3.3 Propiedades del PLA puro.....	84
Tabla 3.4: Datos de las probetas de la Mezcla A: PLA (20 g)+ 0.5 g Caña Azúcar .....	84
Tabla 3.5: Datos de las probetas de la Mezcla B: PLA (20 g)+ 1 g Caña Azúcar .....	84
Tabla 3.6: Resultados PLA con bagazo de Caña de azúcar para las mezclas A y B.....	85
Tabla 3.7 Datos de las probetas de la Mezcla C: PLA (20 g)+ 0.5 g Corteza de Caña Azúcar .....	87
Tabla 3.8 Datos de las probetas de la Mezcla D: PLA (20 g)+ 1 g de Corteza Caña Azúcar .....	87
Tabla 3.9 Resultados PLA con bagazo de Caña de azúcar para las mezclas C y D.....	87
Tabla 3.10 Datos de las probetas de la Mezcla E: PLA (20 g)+ 0.5 g Meollo Caña Azúcar .....	89

Tabla 3.11 Datos de las probetas de la Mezcla F: PLA (20 g)+ 1 g de meollo Caña Azúcar .....	89
Tabla 3.12 Resultados PLA con bagazo de Caña de azúcar para las mezclas E y F .....	89
Tabla 3.13 Resumen de los promedios de las resistencias a la tracción obtenidas para las diferentes mezclas .....	91
Tabla 3.14: Características Polímeros más usados .....	92
Tabla 3.15 Resistencia a la tracción polímeros .....	93
Tabla 3.16 Resultados Flexión .....	94
Tabla 3.17 Resultados pruebas dureza .....	97
Tabla 3.18: Resultado de los pesos (g) obtenidos en el plastometro a 158 °C con 90 segundos de corte.....	98
Tabla 3.19: Resultados del Índice de fluidez.....	99
Tabla 3.20 Resultados del ensayo de charpy.....	101



## INDICE DE FIGURAS

Figura 1.1: Polímeros naturales .....	8
Figura 1.2: Polímeros sintéticos .....	8
Figura 1.3: Ejemplo Polímero Termoplástico .....	9
Figura 1.4: Ejemplo Polímero Termoestable.....	10
Figura 1.5: Polímero Ramificado .....	10
Figura 1.6: Polímero Entrecruzado.....	11
Figura 1.7: Polímero Reticulado.....	11
Figura 1.8: Sistema de Polímero Amorfo, Cristalino y Semi-Cristalino.....	13
Figura 1.9: Comparación de propiedades térmicas de los polímeros cristalinos y amorfos de cadena larga .....	17
Figura 1.10: Mordazas y probeta tipo halterio para ensayos de tracción.....	18
Figura 1.11: Fuerzas implicadas en los ensayos de flexión.....	20
Figura 1.12: Mordazas para ensayo de compresión y probetas .....	21
Figura 1.13: Máquina de ensayos de impacto de tipo péndulo y forma de las probetas.....	22
Figura 1.14: Equipo de ensayos de impacto tipo dardo y forma de las probetas .....	23
Figura 1.15: Resultados de los ensayos de impacto instrumentados. (a) polietileno con comportamiento dúctil y (b) polimetilmetacrilado, con comportamiento frágil.....	24
Figura 1.16: Curva típica de fluencia.....	25
Figura 1.17: Curva de fluencia y recuperación.....	26
Figura 1.18: Curva típica de un ensayo de relajación de esfuerzos .....	27
Figura 1.19: Variación del volumen específico en función de la temperatura para a) un polímero cristalino y b) un polímero amorfo.....	29
Figura 1.20: Ácido láctico con sus isómeros D y L .....	36
Figura 1.21: vías para la polimerización del ácido poliláctico .....	38
Figura 1.22: Caña de Azúcar .....	51
Figura 2.1: Pellets de PLA.....	51
Figura 2.2: Caña de azúcar .....	51

Figura 2.3: a) Corteza de la caña de azúcar, b) Meollo de la caña de azúcar .....	52
Figura 2.4: Alcohol polivinílico .....	52
Figura 2.5: Cera desmoldante .....	53
Figura 2.6: Thinner .....	53
Figura 2.7: Equipo Brabender .....	54
Figura 2.8: Prensa hidráulica .....	55
Figura 2.9: Planchas de acero inoxidable. ....	55
Figura 2.10: Espátulas y utensilios .....	56
Figura 2.11: Balanza digital .....	56
Figura 2.12: Molino .....	57
Figura 2.13: Juego de tamices .....	57
Figura 2.14: Ro-Tap .....	58
Figura 2.15: Sierra Caladora .....	58
Figura 2.16: Vernier, micrómetro, cúter y marcador indeleble .....	59
Figura 2.17: Equipo para ensayo de tracción .....	60
Figura 2.18: Equipo dureza Shore D .....	60
Figura 2.19: Equipo de Charpy .....	61
Figura 2.20: Máquina de ensayo de fluidez .....	62
Figura 2.21: Equipo de ensayo de flexión .....	63
Figura 2.22: Preparación de la fibra de Caña de azúcar .....	64
Figura 2.23: Procedimiento para la fabricación de compuestos de PLA .....	67
Figura 2.24: Cortado de las láminas. A) Marcado de las láminas. B) Sujetado de la Lamina C) Corte con la sierra caladora. D) Probetas obtenidas .....	69
Figura 2.25: Relación del tornillo de sujeción, probeta y borde de impacto entre sí para métodos de Prueba Izod A y C .....	72
Figura 2.26. Flexión-Procedimiento A.....	74
Figura 2.27. Esquema de configuración de prueba .....	77
Figura 2.28: Tabla de condiciones. Temperatura y carga estándar para la prueba ASTM D 1238 .....	79
Figura 3.1: Análisis granulométrico del meollo y corteza molidos.....	83

Figura 3.2: Resistencia a la tracción de las probetas de la mezcla A: 20 g de PLA con 0.5 g de bagazo de caña de azúcar .....	85
Figura 3.3: Resistencia a la tracción de las probetas de la mezcla B: 20 g de PLA con 1.0 g de bagazo de caña de azúcar .....	86
Figura 3.4: Montaje de probetas durante el ensayo de tracción. ....	86
Figura 3.5: Resistencia a la tracción de las probetas de la mezcla C: 20 g de PLA con 0.5 g de Corteza de caña de azúcar .....	88
Figura 3.6: Resistencia a la tracción de las probetas de la mezcla D: 20 g de PLA con 1.0 g de Corteza de caña de azúcar .....	88
Figura 3.7: Resistencia a la tracción de las probetas de la mezcla E: 20 g de PLA con 0.5 g de Meollo de caña de azúcar .....	90
Figura 3.8: Resistencia a la tracción de las probetas de la mezcla F: 20 g de PLA con 1.0 g de Meollo de caña de azúcar .....	90
Figura 3.9: Comparación de las Resistencias a la tracción respecto a la carga .....	92
Figura 3.10: Probetas prueba flexión.....	93
Figura 3.11 Pruebas Flexión .....	94
Figura 3.12 Ensayo de Flexión de la carga de 0.5 g .....	95
Figura 3.13 Ensayo de Flexión de la carga de 1.0 g .....	95
Figura 3.14: Comparación de las Resistencias a la flexión respecto a la carga .....	96
Figura 3.15: Comparación de las Durezas de las diferentes mezclas .....	97
Figura 3.16: Salida de las muestras del plastometro .....	99
Figura 3.17: Comparación Índice de fluidez de todas las mezclas y PLA puro.....	100
Figura 3.18: Comparación de los resultados del ensayo de Charpy de todas las mezclas y PLA puro.....	102
Figura 3.19: Cuadro comparativo de los ensayos mecánicos.....	103

## RESUMEN

En los últimos tiempos la demanda en la producción de polímeros Biodegradables se ha incrementado significativamente, debido a la creciente preocupación por la preservación del medio ambiente. El ácido poliláctico (PLA) es un polímero termoplástico que se obtiene a partir de fuentes renovables y que es biodegradable pero su degradación se da en un periodo entre una semana a un mes. Sin embargo varios de estos polímeros presentan limitaciones en sus propiedades mecánicas y en su alto costo para el desarrollo de mayores aplicaciones. Una opción para superar estos inconvenientes consiste en crear biocompuestos o compuestos verdes donde la matriz biodegradable es reforzada por fibras naturales. Esto permite obtener materiales que aprovechan la alta resistencia de la fibra sin afectar el carácter biodegradable de la matriz obteniendo así un material completamente biodegradable.

El método de extrusión es ampliamente utilizado para procesar polímeros termoplásticos y, estudios indican que bajo condiciones de temperatura y velocidad del husillo, los polímeros sufren cambios a nivel intermolecular que pueden beneficiar en la aplicación de los polímeros.

En este proyecto de tesis se evaluará la resistencia mecánica que presenta la unión fibra matriz, la energía absorbida mediante el ensayo charpy, el cambio en la dureza al trabajar con diferentes cargas del refuerzo, el índice de fluidez en cada mezcla polimérica, este parámetro es muy importante para su fabricación a gran escala.

En conclusión con este estudio se aporta los comportamientos que sufre el PLA al adicionarle un refuerzo de fibras de caña de azúcar.

## ABSTRACT

In recent times the demand in the production of biodegradable polymers has increased significantly due to the growing concern for the preservation of the environment. Polylactic acid ( PLA ) is a thermoplastic polymer obtained from renewable sources and is biodegradable but its degradation occurs in a period from one week to one month. Several of these polymers however have limitations in their mechanical properties and their high cost for the development of larger applications . One option to overcome these drawbacks is to create biocomposites or green compounds wherein the biodegradable matrix is reinforced by natural fibers. This allows to obtain materials that exploit the high strength of the fiber without affecting the nature of the biodegradable matrix thus obtaining a completely biodegradable material.

The extrusion method is widely used for processing thermoplastic polymers and, studies indicate that under conditions of temperature and screw speed , the polymers undergo intermolecular level changes that can benefit in the application of polymers.

In this thesis project mechanical strength fiber presented assess binding matrix , the energy absorbed by the Charpy test, the change in hardness when working with different loads of the reinforcement, the melt index for each polymer blend , this parameter is very important for large scale manufacturing .

In conclusion this study behaviors that suffers when added PLA fiber reinforcement sugarcane is provided.

## **OBJETIVOS**

### **OBJETIVO PRINCIPAL**

Elaborar y caracterizar materiales compuestos obtenidos con matriz termoplástica de PLA reforzados con diferentes tipos de fibras vegetales para su aplicación en la ingeniería.

### **OBJETIVOS ESPECÍFICOS**

1. Realizar la comparación del comportamiento de cada una de las fibras vegetales utilizadas en la mezcla polimérica con el PLA.
2. Analizar el tipo de union presentado entre la matriz y las fibras.
3. Determinar la energía que puede absorber cada material compuesto fabricado.
4. Verificar el cambio de los índices de fluidez para cada material compuesto fabricado
5. Visualizar las posibles aplicaciones potenciales de éstos materiales compuestos biodegradables en la industria y usos domésticos

### **JUSTIFICACIÓN**

En la actualidad el consumo de los plásticos se a incrementado, como alternativa a la contaminación del medio ambiente, se propone el uso de los polímeros biodegradables, cuya demanda ha crecido significativamente. Los polímeros biodegradables , tiene una ventaja frente a los plásticos manufacturados a base de petróleo ya que con las condiciones de compostaje adecuadas los polímeros biodegradables pueden degradarse en un corto período de tiempo disminuyendo así el volumen de desechos a acumularse en los rellenos sanitarios; sin embargo éstos polímeros presentan limitaciones en sus propiedades mecánicas y en su alto costo para el desarrollo de mayores aplicaciones.

En la Universidad Católica de Santa María se ha realizado la tesis de “OBTENCIÓN Y CARACTERIZACIÓN MECÁNICA DE COMPÓSITOS CON MATRIZ DE BIOPOLÍMERO TERMOPLÁSTICO DE PLA” en la cual se trabajo con fibra de sogá.

El objetivo de este proyecto es preparar películas de PLA combinadas con diferentes tipos de fibras vegetales con y sin tratamiento de las fibras.

La tesis está centrada en mejorar las propiedades mecánicas del PLA mediante el refuerzo con fibras vegetales. Así, la tesis desarrolla el tema de fabricar un material biocompuesto mostrando la sinergia de influencia de la matriz y el refuerzo sobre sus propiedades mecánicas, en la búsqueda de obtener nuevos materiales estructurales al alcance del ingeniero en general y el ingeniero mecánico en particular, siempre con el horizonte de mejorar el cuidado del medio ambiente.



## CAPITULO I – MARCO TEÓRICO

### 1.1 Introducción

Los materiales compuestos, elaborados con polímeros termoplásticos y biopolímeros son ampliamente consumidos por la industria, como la automotriz, deportiva, electrónica y aeronáutica, entre otras.

Biopolímeros hoy en día son incorporados en adhesivos, pinturas, lubricantes para motores, y materiales para construcción. Algunos accesorios para el deporte ya han incorporado biopolímeros en su estructura. Compuestos de matriz polimérica totalmente biodegradables han sido Investigados desde el año 2006, desarrollaron composites de Ácido Poliláctico (PLA) reforzado con productos naturales, usando un agente acoplador para mejorar la unión de las fases del compuesto. La investigación concluyó que este tipo de compuestos puede traer un beneficio directo en el medio ambiente, pero sobre todo que se puede implementar en la industria manufacturera de plásticos para algunas aplicaciones, ya que reduce considerablemente el gasto energético en su elaboración.

Este polímero tiene las mismas características que algunos de origen sintético, ya que se puede inyectar, extruir o termoldear, razón por la cual ha sido objeto de numerosos estudios. Los avances científicos han dotado de capacidad a los biomateriales para presentar propiedades mecánicas, comparables, a los reforzados con fibras de vidrio de carbono, así como biodegradabilidad, retomando el concepto de composites naturales como una alternativa sustentable de bajo impacto ambiental. La asimilación de las propiedades de los materiales convencionales en condiciones de esfuerzo, como son las cargas estructurales y condiciones dinámicas, vendría a desplazar eventualmente a la mayoría de los composites sintéticos.

Los Procesos termoquímicos que son empleados en biopolímeros son para lograr propiedades mecánicas y estructurales adecuadas para aplicaciones donde el desgaste y los esfuerzos de torsión son las principales afecciones a las que se exponen los materiales. Un ejemplo de ello puede ser en dispositivos de frenado y, en menor grado, las manijas en la industria automotriz, ó bien en componentes para calzado deportivo de alto rendimiento. El objetivo es que estos materiales logren

prestaciones dentro del rango de especificaciones de resistencia y calidad de los estándares internacionales para desgaste y torsión.

Las fibras vegetales comprenden aquellas fibras naturales extraídas del reino vegetal en sus más variadas formas: semillas, tallos, hojas, frutos y raíces y procesadas de forma tal que se obtienen productos de aplicación textil. Ya en los tiempos cuando el hombre cultivaba la tierra, su preocupación era el alimento y la vestimenta como fuente de abrigo. Los vegetales les permitieron alcanzar sus expectativas.

El uso de fibras naturales como refuerzos en los plásticos es cada vez más popular, impulsado por las preocupaciones medioambientales y el movimiento hacia productos y procesos más sostenibles.

Las fibras naturales usadas en la industria de los polímeros vienen de fuentes vegetales, principalmente de los desechos agroindustriales. Ellos están compuestos, generalmente de microfilamentos de celulosa (70-75 %) y hemicelulosa (15-20 %) unidos juntos por una matriz que puede ser pectina o lignina (3%).

Estos últimos componentes se degradan a una relativamente baja temperatura, lo cual puede limitar el uso de estas fibras en los polímeros termoplásticos.

La cantidad de fibra añadida al polímero determinara la mejora de las propiedades mecánicas del producto final, pero solo hasta un límite. Más allá de un nivel de carga crítica, la fibra no actuar como un agente de refuerzo sino como una carga.

Esto puede hasta tener un impacto negativo en las propiedades mecánicas del material debido a una mayor interacción entre las fibras y por lo tanto una menor interacción con la matriz polimérica.

## 1.2 Definición de Polímero [1]

Polímeros: del griego Polys (muchos) + meros (partes)

Un polímero puede definirse como un material constituido por moléculas formadas por unidades constitucionales que se repiten de una manera más o menos ordenada. Dado el gran tamaño de estas moléculas, reciben el nombre de macromoléculas. Es decir, que los polímeros son compuestos químicos cuyas moléculas están formadas por la unión de otras moléculas más pequeñas llamadas monómeros, generalmente orgánicas, las cuales se enlazan entre sí como si fueran los eslabones de una cadena. Estas cadenas, que en ocasiones presentan también ramificaciones o entrecruzamientos, pueden llegar a alcanzar un gran tamaño, razón por la cual son también conocidas con el nombre de macromoléculas.

Los polímeros, reciben también el nombre de macromoléculas, debido al enorme tamaño de las moléculas que los componen. Estas moléculas gigantes tienen pesos moleculares más de cien veces mayores que los de moléculas pequeñas como el agua.

La mayor parte de los polímeros están formados por estructuras de carbón y por tanto se consideran compuestos orgánicos.

## 1.3 Clasificación de los polímeros

Los polímeros pueden clasificarse de diferentes maneras, y a su vez, esas clasificaciones, pueden subdividirse en otras [2]:

### 1.3.1 Clasificación por su origen

#### 1.3.1.1 Los polímeros naturales

Son todos aquellos que provienen de los seres vivos, y por lo tanto, dentro de la naturaleza podemos encontrar una gran diversidad de ellos.

---

[1] PLATT, David; Biodegradable Polymers; Rapra Technology Limited; United Kingdom; 2006.

[2] MORTON-JONES D.H., Procesamiento de Plásticos, Segunda Edición, Editorial Limusa, 1999, p. 13-15.

Las proteínas, los polisacáridos, los ácidos nucleicos son todos polímeros naturales que cumplen funciones vitales en los organismos y por tanto se les llama biopolímeros. Otros ejemplos son la seda, el caucho, el algodón, la madera (celulosa), la quitina, etc.

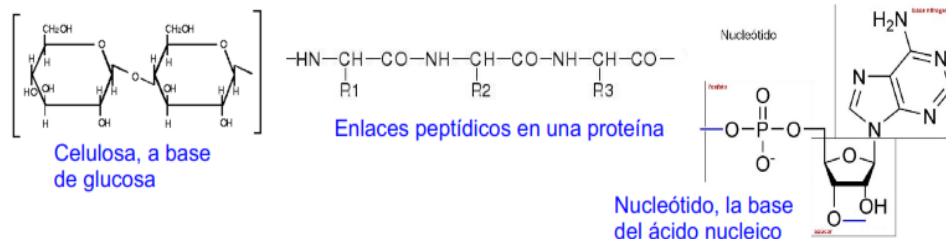


Figura 1.1: Polímeros naturales

### 1.3.1.2 Los polímeros sintéticos [3]

Son los que se obtienen por síntesis ya sea en una industria o en un laboratorio, y están conformados a base de monómeros naturales, mientras que los polímeros semisintéticos son resultado de la modificación de un monómero natural. El vidrio, la porcelana, el nailon, el rayón, los adhesivos son ejemplos de polímeros sintéticos, mientras que la nitrocelulosa o el caucho vulcanizado, lo son de polímeros semisintéticos. Hoy en día, al fabricarse polímeros se le pueden agregar ciertas sustancias que modifican sus propiedades, ya sea flexibilidad, resistencia, dureza, elongación, etc.

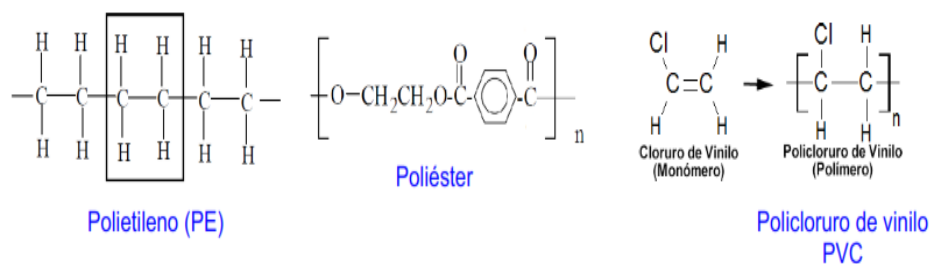


Figura 1.2: Polímero Sintéticos

[3] WADE L.D., Química Orgánica, Segunda Edición, Pearson Educación, 1993, p. 1241

### 1.3.1.3 Polímeros semisintéticos

Se obtienen por transformación de polímeros naturales. Por ejemplo: caucho vulcanizado, etc.

## 1.3.2 Clasificación según su temperatura

### 1.3.2.1 Termoplásticos

Este es un tipo de polímeros que tienen facilidad para ser fundidos, y por lo tanto pueden ser moldeados. Si tienen una estructura regular y organizada, pertenecen a la subdivisión de los cristalinos, pero si su estructura es desorganizada e irregular, se consideran amorfos [4].

Después de ablandarse o fundirse por calentamiento, recuperan sus propiedades originales al enfriarse. En general son polímeros lineales. Ejemplos: derivados polietilénicos, poliamidas (o nailon), sedas artificiales, celofán, etc.

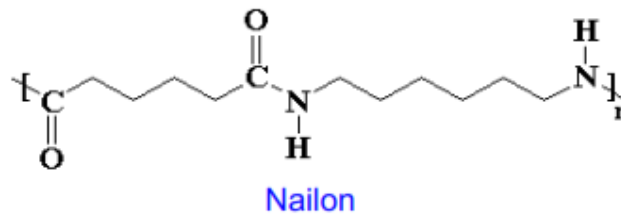


Figura 1.3: Polímero Termoplástico

### 1.3.2.2 Termoestables

Después del calentamiento se convierten en sólidos más rígidos que los polímeros originales. Este comportamiento se debe a que con el calor se

[4] BOHLMANN, Op. Cit., p. 200-201.

forman nuevos entrecruzamientos que provocan una mayor resistencia a la fusión. Suelen ser insolubles en disolventes orgánicos y se descomponen a altas temperaturas. Ejemplos: baquelita, ebonita, etc.

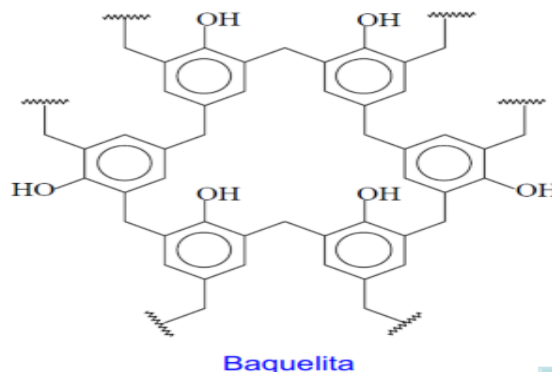


Figura 1.4: Polímero Termoestable

### 1.3.3 Clasificación según su estructura

**Lineales:** Formados por monómeros difuncionales. Ejemplos: Polietileno, poli estireno.

**Ramificados:** Formados por monómeros trifuncionales. Ejemplo: Poli estireno.



Figura 1.5: Polímero Ramificado

**Entrecruzados:** Cadenas lineales adyacentes unidas linealmente con enlaces covalentes. Ejemplo: Caucho [5].

---

[5] WILKINSON, Op. Cit., p. 4- 5.



Figura 1.6: Polímero Entrecruzado

**Reticulados:** Con cadenas ramificadas entrelazadas en las tres direcciones del espacio.

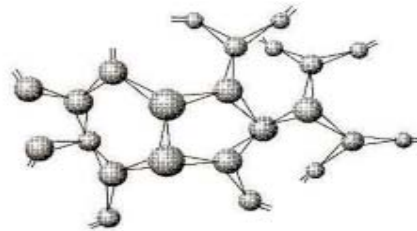


Figura 1.7: Polímero Reticulado

#### 1.4 Estructura y propiedades de los Polímeros

Las propiedades de un polímero están relacionadas con su estructura, es decir, con el tipo de átomos y la disposición de éstos en la macromolécula. Sin embargo, para poder explicar las propiedades físicas de un polímero hay que tener en cuenta no sólo los enlaces covalentes de su estructura sino también las interacciones o fuerzas intermoleculares que mantienen juntas las cadenas poliméricas.

Los polímeros lineales, los que contengan ramificaciones cortas y aquéllos con alta tacticidad podrán disponerse en una red cristalina tridimensional, ya que el buen empaquetamiento de las cadenas poliméricas favorecerá su acercamiento y la acción de fuerzas intermoleculares intensas entre ellas. Por el contrario, cadenas laterales voluminosas y espaciadas irregularmente impiden la cristalinidad.

En todo polímero existen zonas cristalinas y amorfas y el predominio de una zona sobre la otra determinará el grado de grado de cristalinidad del polímero, el cual es un factor importante en la determinación de sus propiedades.

Las fibras sintéticas (poliésteres, poliacrilonitrilos, poliamidas, poliuretanos) se caracterizan por estar formadas por macromoléculas lineales y con grupos polares en su estructura. Son estos grupos los que participan en las intensas atracciones que se generan entre las cadenas poliméricas, manteniéndolas extendidas y evitando el deslizamiento de unas sobre otras. En poliésteres y poliacrilonitrilos las fuerzas intermoleculares son del tipo dipolo-dipolo debidas a los grupos carbonilo y nitrilo, respectivamente.

#### **1.4.1 Estado Amorfo o Estado cristalino**

Los polímeros termoplásticos, pueden ser [6] :

##### **1.4.1.1 Amorfos**

El estado amorfo se caracteriza por la presencia de irregularidad en la estructura polimérica tanto de orden axial como de orden ecuatorial. El estado amorfo se presenta principalmente en polímeros ramificados, polímeros tácticos y polímeros con cantidades significativas de dos o más constituyentes monoméricos muy diferentes. Son de cadena larga con baja cristalinidad y se hacen elásticos cuando se calientan por arriba de la temperatura de transición vítrea.

##### **1.4.1.2 Cristalinos**

El estado cristalino lo presentan moléculas química y geoméricamente regulares en su estructura, con capacidad de cristalizar. Las irregularidades,

---

[6] BELTRAN M. y MARCILLAS A., Tecnología de Polímeros Tema 1: Estructura y Propiedades de los Polímeros, Universidad de Alicante, p. 17.

como las ramificaciones de la cadena o la polimerización de una pequeña cantidad de otro monómero limitan la cristalización pero no evitan que ocurra. Un polímero muy regular que se empaqueta bien en una red cristalina será cristalino y por lo general, más denso, fuerte y rígido que un polímero semejante con menor grado de cristalinidad.

Sin embargo, el estado cristalino en polímeros es en realidad bifásico, en donde coexiste la fase cristalina junto con la amorfa por lo que estos materiales deberían ser denominados como semi-cristalinos. La relación cuantitativa entre estas dos fases viene expresada por la cristalinidad.

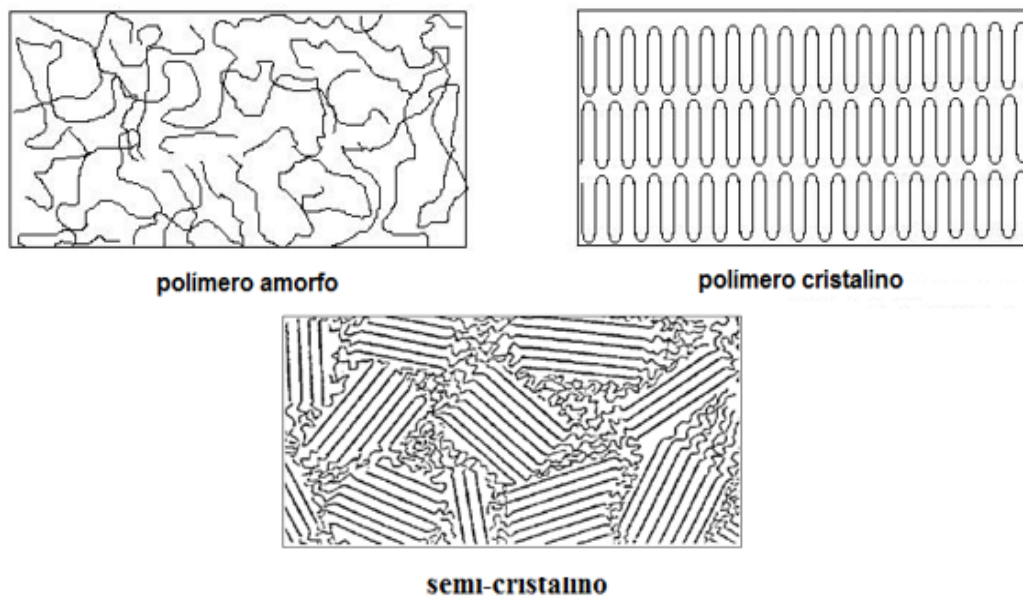


Figura 1.8: Sistema de Polímero Amorfo, Cristalino y Semi-Cristalino

#### 1.4.1.2.1 Cristalinidad

La cristalinidad se define como la fracción en peso de la fase cristalina presente:

$$\omega_c = \frac{W_c}{W}$$

$W_c$  = peso de fase cristalina

$W$  = peso total de la muestra

$\omega_c$  = índice de cristalinidad cuyo valor oscila entre 0.4 para polímeros poco cristalinos y 0.95 para material es muy bien cristalizados, de constitución muy regular.

El índice de cristalinidad es una magnitud relativa cuya medida puede efectuarse por densitometría, calorimetría o espectroscopía.

#### 1.4.1.2.2 Factores determinantes de la cristalinidad

En las condiciones óptimas de cristalización, el grado de cristalinidad de un polímero viene determinado por la constitución de su cadena molecular. En general puede decirse que todo defecto que reduzca la regularidad constitucional de la cadena afecta negativamente a la cristalinidad. Como números: la cristalinidad disminuye con la copolimerización, siendo este efecto mayor cuanto más diferentes sean las estructuras de los monómeros.

Tamaño: la cristalinidad disminuye con el peso molecular.

Configuración: la cristalinidad está estrechamente vinculada a la estereoregularidad, hasta el punto de que la ausencia de tacticidad suele ser sinónimo de carácter amorfo.

Ramificaciones: la presencia de ramas disminuye la cristalinidad, siendo el efecto más pronunciado cuanto más irregulares sea.

### 1.4.2 Propiedades de los Polímeros

#### 1.4.2.1 Propiedades físicas generales de los polímeros

- Las propiedades físicas de estas moléculas difieren bastante de las propiedades de los monómeros que las constituyen.

- Las propiedades van a estar influenciadas por la estructura interna, presencia de fuerzas intermoleculares, etc.
- Al ser grandes moléculas, la estructura es generalmente amorfa.
- Notable plasticidad, elasticidad y resistencia mecánica.
- Alta resistividad eléctrica.
- Poco reactivos ante ácidos y bases.
- Unos son tan duros y resistentes que se utilizan en construcción: PVC, baquelita, etc.
- Otros pueden ser muy flexibles (polietileno), elásticos (caucho), resistentes a la tensión (nylon), muy inertes (teflón), etc.

#### 1.4.2.2 Propiedades Térmicas

##### 1.4.2.2.1 Temperatura de Transición Vítreo

Un polímero puede ser amorfo, cristalino o la combinación de ambos (semi-cristalino). A bajas temperaturas los polímeros de cadena larga son vidriosos, sólido, y un fuerte impacto provoca su fractura. Cuando se eleva la temperatura, el polímero pasa por una transición térmica conocida como temperatura de transición vítrea ( $T_g$ ) que a nivel molecular representa el inicio del movimiento de los segmentos de cadenas cortas. Por arriba de su  $T_g$  un polímero muy cristalino se vuelve flexible y moldeable [7].

La presencia de átomos en las cadenas poliméricas o con menos grupos funcionales voluminosos, favorecen que se alcance la  $T_g$  a menores temperaturas.

---

[7] SANDLER S. et al., Polymer Synthesis and Characterization, Academic Press Limited an Imprint of Elsevier, 1998, p. 122-123.

Es importante mencionar que representa desde el punto de vista termodinámico y mecánico uno de los parámetros más importantes en los sistemas poliméricos por ser la referencia para su procesabilidad.

La Tabla 1.1 muestra algunos factores que influyen en la  $T_g$ .

Tabla 1.1 Factores estructurales que afectan la temperatura de transición vítrea

Factores que favorecen la disminución de $T_g$	Factores que favorecen el aumento de $T_g$
Flexibilidad de la cadena principal	Rigidez de la cadena principal
Cadenas laterales flexibles	Cadenas laterales rígidas o voluminosas
Aumento de tacticidad	Aumento de la densidad de energía cohesiva
Mayor simetría	Mayor polaridad
Adición de diluyentes o plastificantes	Aumento de peso molecular
Ramificaciones	Entrecruzamiento o reticulado

#### 1.4.2.2.2 Temperatura de Fusión

A la temperatura de fusión ( $T_m$ ), los polímeros termoplásticos se encuentran en un estado líquido o fundido donde la energía es suficiente para que las moléculas puedan deslizarse entre sí y los átomos de las cadenas puedan rotar alrededor de los ángulos de enlace pasando rápidamente de una conformación a otra. Aunque, la capacidad de rotar de los enlaces de cadena está limitada por los impedimentos estéricos.

Los polímeros de cadena larga con baja cristalinidad (amorfos) se hacen elásticos cuando se calientan por arriba de su  $T_g$  y a mayor temperatura son pegajosos y menos sólidos, hasta que pasan a ser líquidos viscosos sin punto de fusión ( $T_m$ ) definido [8].

Por otro lado, los polímeros entrecruzados pueden permanecer elásticos y no fundir hasta que la temperatura sea tan alta que el polímero comienza a descomponer. Los polímeros cristalinos y amorfos, de cadena larga, muestran propiedades físicas diferentes al calentarlos (Figura 1.9 – Comparación de propiedades térmicas de los polímeros cristalinos y amorfos de cadena larga).

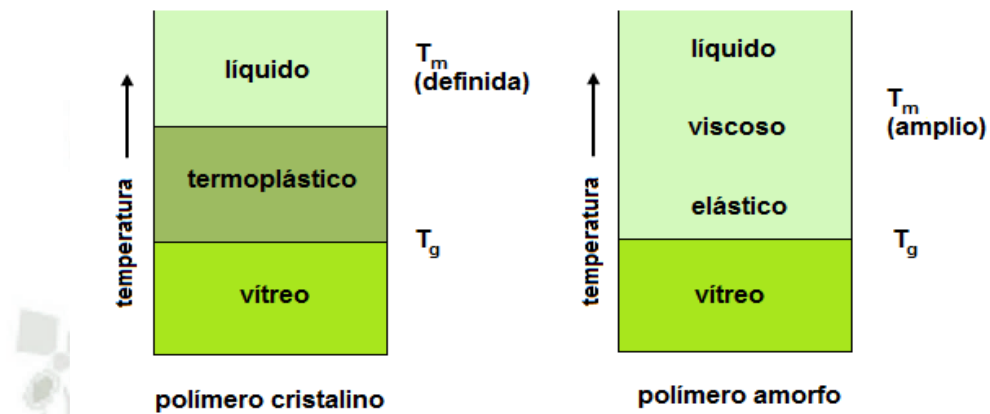


Figura 1.9: Comparación de propiedades térmicas de los polímeros cristalinos y amorfos de cadena larga

### 1.4.3 Propiedades mecánicas de polímeros [9]

Los plásticos se encuentran sometidos a diferentes estados de carga en sus distintas aplicaciones, por lo que la selección del material adecuado para cada una de ellas se basa, entre otras consideraciones, en sus propiedades mecánicas. Las propiedades

[8] BELTRAN, Op. Cit., p. 18.

[9] Polymers: Structure and Properties” C.A. Daniels, Technomic Publishing CO., Lancaster, 1989.

mecánicas de los polímeros dependen, fundamentalmente, de su composición, estructura y condiciones de procesado. Asimismo existen otros factores que influyen en las mismas y son principalmente, el tiempo y la temperatura.

#### 1.4.3.1 Ensayo de tracción

Los ensayos de tracción son una medida de la respuesta de un material ante una fuerza que tiende a estirarlo. De estos ensayos se suele obtener información sobre la resistencia a la tracción, elongación y modulo.

Los aparatos que realizan los ensayos de tracción constan de un brazo fijo y uno móvil, ambos dotados con unas mordazas donde se sujetan las probetas. Los brazos se separan a una velocidad constante mientras se determina la carga y la extensión. Las probetas que se emplean en los ensayos de tracción normalmente se preparan mediante inyección o compresión, o también se pueden obtener recortándolas de zonas planas de las piezas ya transformadas. Las probetas deben tener unas dimensiones normalizadas que pueden variar según la aplicación.

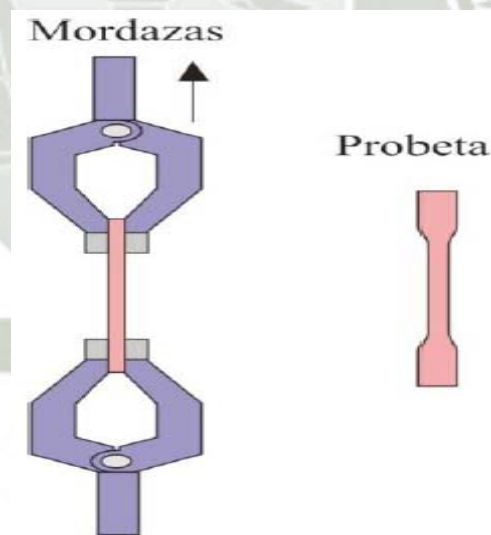


Figura 1.10: Mordazas y probeta tipo halterio para ensayos de tracción.

La velocidad a la que se realiza el ensayo es muy importante.

Generalmente se emplean velocidades de separación de las mordazas próximas a 50mm/min. A velocidades de deformación lentas las moléculas pueden sufrir cambios de conformación u orientarse en la dirección del esfuerzo aplicado, de modo que presentan mayor tenacidad y elongación a la rotura que a velocidades altas.

#### **1.4.3.2 Ensayo de Flexión**

La prueba de flexión en polímeros se realiza para medir la resistencia a la flexión y módulo de flexión de un plástico rígido de acuerdo con ASTM D790 (ASTM D790 es un método para medir las propiedades de flexión de un plástico mediante el establecimiento de una barra de ensayo a través de dos soportes y empujando hacia abajo en el medio hasta que se rompe o dobla una distancia especificada). Los resultados de esta prueba describen el comportamiento de un polímero a través de un diagrama de estrés-deformación, al igual que las pruebas de tracción y compresión. Un polímero tiene resistencia a la flexión si es capaz de soportar cargas que provoquen momentos flectores en su sección transversal. El ensayo hace que la probeta experimente un esfuerzo de compresión en la superficie cóncava y un esfuerzo de tensión en la convexa. A través de la prueba de flexión podemos obtener información de su módulo de elasticidad, el cual indica si el material es rígido o flexible.

Estas propiedades dependen de la estructura interna que posean los plásticos, los cuales se pueden clasificar en tres grandes grupos: termoplásticos, termoestables y cauchos o elastómeros. Los elastómeros poseen una estructura reticulada que les proporciona elasticidad a temperatura ambiente, y a su vez, esos puntos de unión entre sus cadenas moleculares hacen que sean infusibles e insolubles. Los materiales termoplásticos, con estructura no reticulada, también presentan distintos comportamientos según sean: amorfos (como el PMMA, PS, PVC) o parcialmente cristalinos (PA, PP, PE).

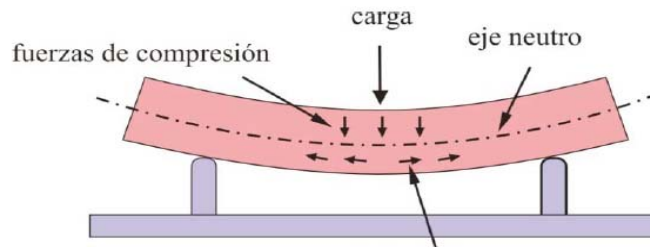


Figura 1.11: Fuerzas implicadas en los ensayos de flexión.

### 1.4.3.3 Ensayos de Compresión

Los ensayos de compresión se emplean para estudiar el comportamiento del material cuando está sujeto a una carga compresiva a una velocidad de carga relativamente alta y uniforme. A pesar de que en muchas aplicaciones los plásticos están sujetos a cargas de compresión, estos ensayos tienen aplicaciones limitadas. En la práctica las cargas compresivas se suelen aplicar durante periodos prolongados de tiempo. En aquellos polímeros que se rompen en un ensayo de compresión, la resistencia a la compresión tiene un valor definido, sin embargo en algunos casos los polímeros se siguen deformando hasta que forman una lámina muy delgada sin que se produzca una fractura bien definida. En estos casos la resistencia a la compresión obtenida del ensayo no proporciona un valor claro.

La máquina empleada en los ensayos de compresión es prácticamente la misma que se emplea en los ensayos de tracción; solo cambia la forma de las mordazas y la dirección en la que se aplica el esfuerzo.

Las probetas empleadas para este tipo de ensayos suelen ser láminas rectangulares o discos.

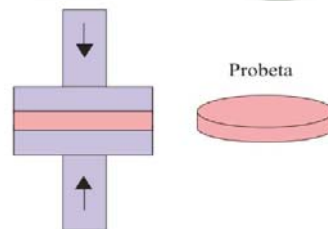


Figura 1.12: Mordazas para ensayo de compresión y probetas

#### 1.4.3.4 Ensayos de Impacto

Se define la resistencia al impacto como la energía absorbida por un material por unidad de área ante un impacto. La capacidad de absorber energía depende no solo del material, sino también de su forma, tamaño, espesor, etc. Un plástico es más susceptible de producir fallo cuando es sometido a un impacto que cuando esa misma carga se aplica más lentamente, debido a que el impacto el material no tiene la oportunidad de compensar el esfuerzo con movimiento molecular, es decir, no puede orientarse ni relajarse. Los dos ensayos de impacto más frecuentes son los de tipo péndulo y los de tipo dardo.

#### 1.4.3.5 Ensayos tipo péndulo

El péndulo consta de un martillo de masa ( $M$ ) unido a un eje de giro mediante un brazo de masa. En su posición inicial (elevado) el péndulo posee una energía potencial ( $E_p = m g h$ ) donde  $m$  y  $h$  son la masa y altura del centro de masas formado por el péndulo y el brazo. En el ensayo se deja caer el péndulo y cuando este alcanza el punto más bajo de su recorrido toda la energía potencial se habrá transformado en cinética y el péndulo se moverá a una velocidad  $V = \sqrt{2 * g * h}$ . En este punto se produce el impacto sobre la probeta y esta absorberá parte de la energía del péndulo. El péndulo seguirá su recorrido elevándose hasta una altura que depende de la cantidad de energía que le queda disponible tras el impacto.

El resultado del ensayo es la resistencia al impacto expresada como la energía gastada por el péndulo obtenida, y dividida por la sección de la probeta.

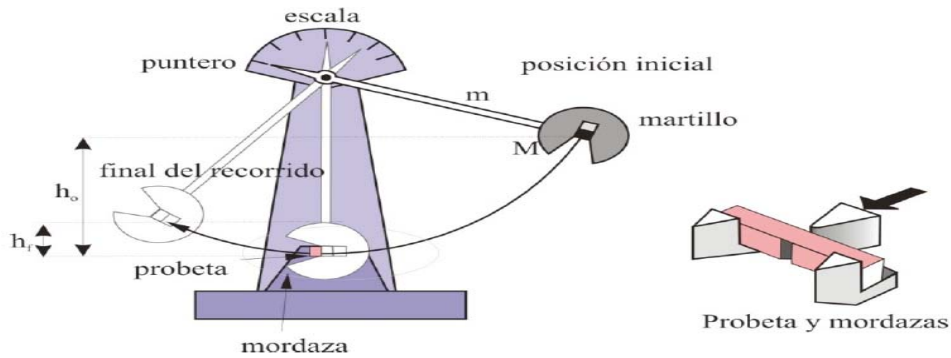


Figura 1.13: Máquina de ensayos de impacto de tipo péndulo y forma de las probetas

#### 1.4.3.6 Ensayo tipo dardo

El principio básico de este ensayo es someter a la muestra al impacto de una masa conocida (dardo) que cae desde una altura determinada. Las probetas tiene forma cuadrada o rectangular y pueden obtenerse por compresión, inyección o troquelándolas de una parte lisa de una pieza procesada.

La ventaja de este ensayo sobre otros, es que las probetas pueden proceder de piezas reales.

La versión no instrumentada de tipo dardo consta básicamente de un soporte donde se coloca la probeta, el dardo y un sistema de ejes guía graduados por donde se eleva el dardo, hasta la altura deseada y por los que caerá por gravedad.

Los resultados obtenidos son más representativos del comportamiento del plástico que los resultados de los ensayos pendulares, ya que en este caso hay menor dependencia de la geometría del ensayo, de la muestra, etc.

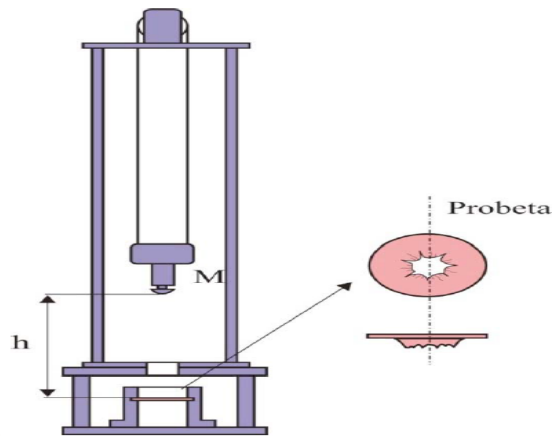


Figura 1.14: Equipo de ensayos de impacto tipo dardo y forma de las probetas

#### 1.4.3.7 Ensayos de impacto con equipos instrumentados

Tanto en el caso de los equipos para ensayos de péndulo como en los de tipo dardo existe una versión instrumentada. En estos equipos el cabezal del instrumento de impacto (martillo o dardo) tiene un transductor que mide la fuerza creada por la resistencia de la muestra durante el impacto. Estos sistemas son capaces de registrar un gran número de puntos fuerza-deformación durante el tiempo en el que tiene lugar el proceso global de impacto (unos pocos milisegundos). En los ensayos instrumentados se trabaja con un exceso de energía de impacto respecto a la que será absorbida por el material. Los equipos permiten determinar a su vez las curvas fuerza-deformación y a partir del área encerrada bajo estas curvas hasta el punto de máxima fuerza, y a partir del espesor de la probeta, calcular la energía de impacto. En la figura 1.15 se muestran algunos ejemplos de curvas fuerza-tiempo obtenidas en ensayos de impacto instrumentados.

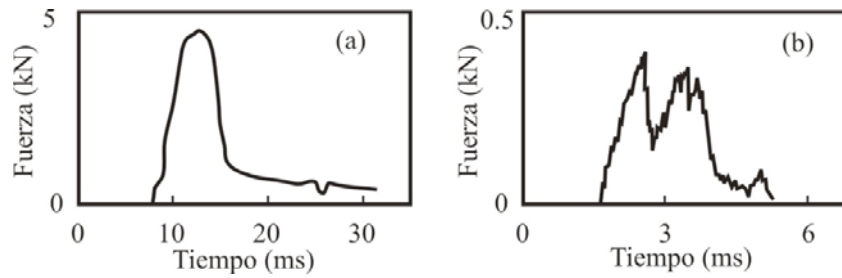


Figura 1.15: Resultados de los ensayos de impacto instrumentados. (a) polietileno con comportamiento dúctil y (b) polimetilmetacrilado, con comportamiento frágil.

#### 1.4.3.8 Ensayos de fluencia

Los ensayos de fluencia, al igual que los de recuperación de esfuerzos, son ensayos a largo plazo, es decir se realizan durante periodos de tiempo considerables, lo cual lógicamente es una desventaja, si bien pueden ser más representativos del comportamiento real de materiales sometidos a este tipo de esfuerzos. En los ensayos de fluencia también es frecuente encontrar las versiones instrumentadas y no instrumentadas. El ensayo consiste en aplicar una carga fija a una probeta en forma de paralelepípedo y determinar la deformación en función del tiempo hasta que la muestra rompa o hasta que el incremento de la deformación es muy pequeño (generalmente durante horas o días). Se representa la deformación en función del tiempo empleando, por lo general, en escala logarítmica para el tiempo. El comportamiento en los ensayos de fluencia varía mucho dependiendo del tipo de plástico, sin embargo bajo el esfuerzo y temperatura adecuados, todos los plásticos exhiben un comportamiento característico de fluencia. En la figura 1.16 se muestra una curva de fluencia completa. La curva puede dividirse en cuatro etapas. La primera etapa (OP) representa la deformación elástica instantánea. En la segunda, PQ, la deformación tiene lugar rápidamente pero a una velocidad decreciente. Esta etapa en la que la velocidad de fluencia decrece con el tiempo se llama de “fluencia

primaria”. La etapa 3 de la curva es prácticamente recta y se caracteriza por una velocidad constante de fluencia.

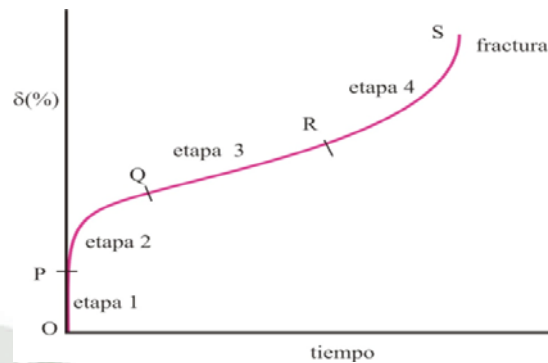


Figura 1.16: Curva típica de fluencia.

Es importante tener en cuenta que en muchas ocasiones en los plásticos se produce este tipo de fracturas, ya que es un error corriente asumir que si un material es capaz de soportar una carga estática durante un periodo de tiempo, podrá soportarla indefinidamente (como por ejemplo ocurre con los metales). Sin embargo, en el caso de los plásticos puede ocurrir que plásticos que sean tenaces en un corto periodo de tiempo se vuelvan frágiles en periodos más prolongados. Si la carga se retira antes de que se produzca la fractura, los plásticos pueden recuperar, al menos parcialmente, la deformación que han sufrido. Este fenómeno se ilustra en la figura 1.17. Tan pronto como se retira la carga se observa una recuperación elástica inmediata, prácticamente igual a la deformación elástica inicial. Una parte sustancial de la deformación no se recupera inmediatamente y el material tarda un cierto tiempo en recuperar su tamaño o longitud original. Si la recuperación no es completa se dice que el material ha sufrido una deformación permanente. La magnitud de la deformación permanente depende del esfuerzo aplicado, el tiempo y la temperatura del material.

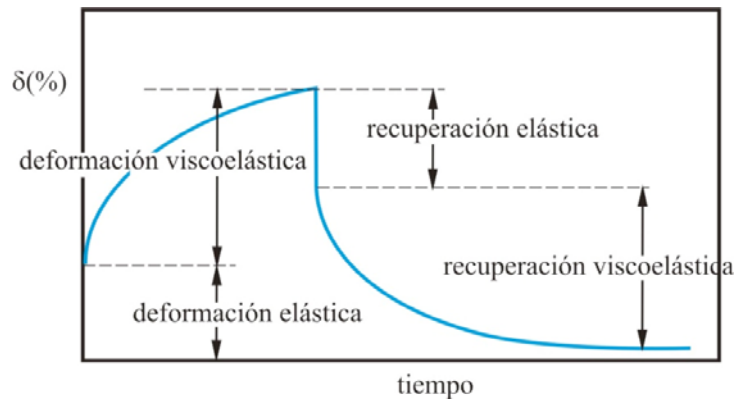


Figura 1.17: Curva de fluencia y recuperación.

#### 1.4.3.9 Ensayos de relajación de esfuerzos

Una consecuencia importante de la naturaleza viscoelástica de los plásticos es que cuando están sujetos a una deformación determinada y esta deformación se mantiene constante, se observa que el esfuerzo necesario para mantener la deformación disminuye con el tiempo. A este fenómeno se le conoce como relajación de esfuerzos y es de vital importancia para el diseño de juntas, precintos, y muelles. La figura 1.18 muestra un comportamiento de este tipo. En el eje de abscisas se muestra el tiempo en escala logarítmica y en el de ordenadas la variación del esfuerzo aplicado respecto al esfuerzo inicial.

Los ensayos de fluencia son mucho más frecuentes que los de relajación de esfuerzos, puesto que la forma de realizarlos es más sencilla y en el caso de los de relajación de esfuerzos no existe versión no instrumentada del equipo, sin embargo, en algunas aplicaciones se hace necesario el empleo de este tipo de ensayos. Por ejemplo, cuando se emplean hilos de plástico en los cierres de botellas que estarán expuestos a una deformación constante, se requiere que el esfuerzo de relajación sea lo menor posible. Si el esfuerzo es grande, el cierre fallará. Problemas similares pueden tener lugar en los plásticos que se utilizan como precintos y en los que contienen inserciones metálicas.

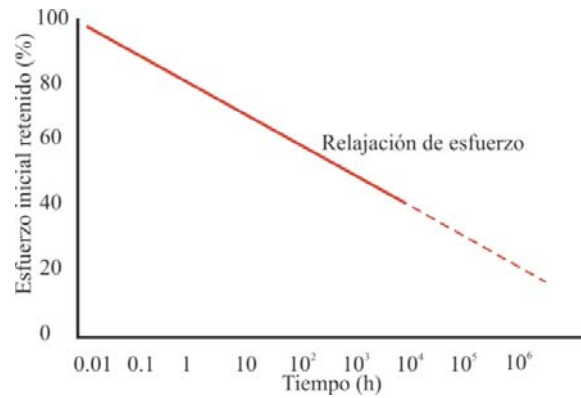


Figura 1.18: Curva típica de un ensayo de relajación de esfuerzos.

#### 1.4.3.10 Factores que Determinan la Temperatura de Transición Vítrea ( $T_g$ )

En el estado líquido o fundido las moléculas del polímero se encuentran por lo general ovilladas y enmarañadas si no hay una fuerza externa que las obligue a orientarse en una dirección. Si la energía disponible es suficiente, las moléculas podrán moverse y los átomos de las cadenas podrán rotar alrededor de los ángulos de enlace, produciéndose cambios de conformación. En una situación de este tipo el volumen no ocupado (volumen libre) asociado con cada molécula es alto. En las moléculas reales, la capacidad de rotación de los enlaces de cadena está más o menos limitada por impedimentos estéricos.

En la figura 1.19 se representa la variación del volumen específico de dos polímeros a y b con la temperatura. A temperaturas elevadas los polímeros termoplásticos se encuentran en un estado líquido o fundido en el que pueden pasar rápidamente de una conformación a otra. En esta situación el volumen libre asociado a las moléculas es grande y por tanto el volumen específico también lo será. Para que un segmento de una cadena de polímero se mueva con respecto a otro se requiere energía térmica y en las condiciones descritas hay suficiente energía para que estos movimientos sean posibles. A medida que la temperatura desciende y hay menos energía disponible, el cambio de conformación es más lento, y el volumen específico disminuye gradualmente. De acuerdo con las leyes de la termodinámica, cuando se alcanza una temperatura determinada todos los sistemas

tienden a ordenar sus moléculas formando redes cristalinas sólidas. El polímero a de la figura 1.19 es un material con capacidad de cristalizar y presenta una temperatura de cristalización,  $T_c$ , a la que se produce un cambio de fase desde el estado fundido amorfo al estado sólido cristalino, y una temperatura de fusión,  $T_g$  muy próxima a la temperatura de cristalización cuando la transición se realiza desde el estado sólido al fundido [10].

Las moléculas de polímero que poseen una estructura muy compleja e irregular (ramificaciones, fuertes interacciones entre cadenas, etc.) presentan viscosidades muy elevadas en el estado líquido. Cuando estas moléculas se enfrían, a la temperatura a la que cabría esperar que el estado cristalino fuese más estable que el amorfo, la viscosidad de las moléculas es demasiado elevada, y/o su geometría demasiado compleja para adquirir una conformación cristalina. De modo que, en estos casos, en el estado sólido persiste la conformación desordenada típica de los líquidos. Es el caso del polímero amorfo b representado en la figura 1.19 en el que, como se puede ver, la disminución del volumen específico se produce de forma gradual con la temperatura. En estos polímeros existe una temperatura, la temperatura de transición vítrea,  $T_g$ , a partir de la cual el material sufre un marcado cambio de propiedades. A temperaturas por encima de la  $T_g$  segmentos relativamente grandes de 10 o 50 unidades de repetición se pueden mover con libertad en movimientos conjuntos, logrando modificar su conformación, mientras que por debajo de esta

---

[10] Understanding Polymer Morphology”, Arthur E. Woodward, Hanser Publishers, Munich,1995.

temperatura los movimientos quedan limitados a segmentos muy pequeños, impidiendo una reorganización. Por debajo de la temperatura de transición vítrea (estado vítreo), los polímeros amorfos tienen muchas de las propiedades asociadas con los vidrios inorgánicos ordinarios, incluida la rigidez, fragilidad y transparencia. Mientras que por encima de su  $T_g$  los polímeros amorfos se comportan como cauchos o elastómeros.

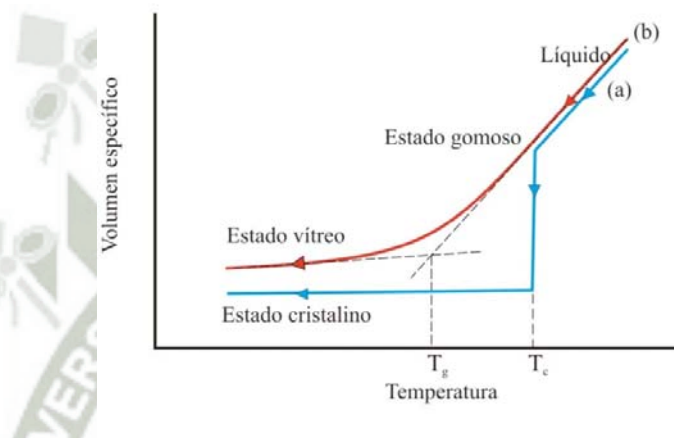


Figura 1.19: Variación del volumen específico en función de la temperatura para a) un polímero cristalino y b) un polímero amorfo.

#### 1.4.3.11 Factores que Determinan la Temperatura de Fusión ( $T_m$ )

El término temperatura de fusión se debe emplear sólo para los polímeros cristalinos o semicristalinos. En el caso de los polímeros amorfos, a temperaturas por encima de la  $T_g$  las cadenas adquieren mayor movilidad, llegando a hacerse fluidas, si bien realmente no hay fusión, por lo que se habla de intervalo de reblandecimiento y estrictamente hablando no se puede decir que el polímero se encuentra fundido. Los polímeros cristalinos pueden presentar también temperatura de transición vítrea pues la cristalización sólo ocurre hasta una cierta extensión y siempre habrá regiones amorfas en un polímero.

sólido. Hasta cierto punto las propiedades de los polímeros cristalinos dependerán de si las regiones amorfas residuales se encuentran en el estado vítreo (por debajo de  $T_g$ ) o en el estado caucho (por encima de la  $T_g$ ). La tabla 1.2 muestra las temperaturas de transición vítrea y de fusión de varios polímeros de uso frecuente [11].

Tabla 1.2. Temperatura de transición vítrea y de fusión de polímeros de uso frecuente

Polimero	$T_g$ (°C)	$T_m$ (°C)
Poli(etileno)	-125	140
Poli(stireno (isotáctico))	100	240
Poli(propileno (isotáctico))	25	150
Poli(propileno (sindiotáctico))	---	138
Poli(acrilonitrilo) (atáctico)	85	317
Poli(cloruro de vinilo)	81	---
Poli(óxido de etileno)	-56	66
Poli(etilen tereftalato)	29	270
Poli(metacrilato de metilo)	102	---
Policarbonato	150	267
Nailon 6,6	50	265
Poli(tetrafluoroetileno)	-113	327
Poli(butadieno cis)	-108	148
Poli(isopreno (trans))	-67	74
Poli(isopreno (cis))	-75	28

[11] Understanding Polymer Morphology”, Arthur E. Woodward, Hanser Publishers, Munich, 1995.

## 1.5. Materiales biodegradables poliméricos

### 1.5.1. Introducción a los polímeros biodegradables

Según la norma ASTM2 los plásticos biodegradables son plásticos degradables donde la degradación resulta por la acción natural de microorganismos como bacterias, hongos y algas. Esta degradación consiste en una cadena de reacciones en que las moléculas orgánicas pierden átomos de carbono y donde las moléculas más complejas se convierten en moléculas más simples. A su vez, esta degradación usualmente es causada por acción biológica, que comúnmente actúa simultáneamente con la degradación no biológica que puede ser causa por fotodegradación o por la acción de moléculas de agua (hidrólisis).

La biodegradación de los polímeros presenta una oportunidad para el mejor manejo de los residuos, ya que en promedio estos polímeros en condiciones de compostaje se pueden biodegradar en tiempos muy cortos (desde 1 semana hasta seis meses). Permitiendo así reducir la cantidad de desechos en los rellenos sanitarios. Sin embargo, el acondicionamiento de tierras para el proceso de compostaje requiere de una inversión inicial mayor para los gobiernos que lo quieran aplicar, ya que para acelerar el proceso de biodegradación se debe controlar temperaturas y humedades relativas de los rellenos. Por lo tanto, solamente algunos países desarrollados han invertido en el acondicionamiento de tierras que permitan una rápida biodegradación de los materiales. Esto ha creado una contradicción debido a que muchos países han iniciado en la utilización de polímeros biodegradables, a pesar de que estos todavía son difíciles de obtener en el mercado, sin haber invertido en zonas donde este tipo de polímeros van a ir a parar después de su vida útil. Esto implica que no solo basta con la utilización de polímeros biodegradables sino que también se debe tomar en cuenta que estos necesitan zonas adecuadas para cumplir su proceso de biodegradación de manera eficiente.

A partir de la definición de biodegradación aparece el concepto de compostaje, que se refiere al proceso de control de la descomposición biológica (bioxidación- biodegradación) de los materiales biodegradables para convertirse en humus, más concretamente en una sustancia conocida

como “compost”. En este proceso se generan los siguientes productos: dióxido de carbono, agua, minerales y materia orgánica.

### **1.5.2. Clasificación de polímeros biodegradables**

Los polímeros biodegradables pueden clasificarse básicamente en tres categorías principales:

#### **1.5.2.1. Polímeros biodegradables naturales**

Estos polímeros son producidos por todos los organismos vivos. Las reacciones de biodegradación son catalizadas con enzimas y ocurren en un medio acuoso.

Estas macromoléculas contienen uniones hidrolizables, es decir que al entrar el material en contacto con el agua, el agua penetra en la matriz polimérica y provoca hinchamiento, hidratación de las moléculas y finalmente la ruptura de la cadena principal en varias partes. Entre estas macromoléculas tenemos a las proteínas, celulosa y almidón, que generalmente son susceptibles a la biodegradación bajo la acción de enzimas, las mismas que son proteínas que actúan como aceleradores de las reacciones químicas de síntesis y degradación de compuestos, y que son producidas por los microorganismos (bacterias, hongos, plantas). Estas enzimas pueden ser de tres tipos hidrolíticas, oxidantes y reductoras, dependiendo del tipo de reacción que controlen. En este caso, actúan las enzimas hidrolíticas, ya que aceleran las reacciones para producir componentes más simples por reacción con moléculas de agua. El carácter hidrófilico/hidrofóbico afecta a la velocidad de biodegradación y mejora el rendimiento en su durabilidad en condiciones húmedas.

Estos polímeros son los de mayor aplicación y tienen como principal representante al almidón, el cual es un termoplástico de carácter fuertemente hidrófilico, de bajo coste y de alta disponibilidad. Este puede utilizarse como aditivo biodegradable o material de sustitución en plásticos tradicionales, ya que en teoría

acelera la degradación o la fragmentación de las cadenas de los polímeros sintéticos.

### **1.5.2.2. Polímeros biodegradables modificados**

Como el acetato de celulosa o los polialcanoatos.

Dentro de esta categoría se encuentran los poliésteres cuyos grupos funcionales son degradables hidrolíticamente. Esto les confiere un gran interés en el campo de los biomateriales, ya que pueden ser utilizados para realizar implantes y reemplazar la función de tejidos dentro de un sistema vivo. Los polímeros preparados a partir de ácido glicólico (PGA) y ácido poliláctico (PLA) tienen una aplicación muy extensa en el campo de la medicina, específicamente en suturas biodegradables que se comercializan desde los años 60. Desde entonces, diversos productos basados en el ácido láctico y glicólico, incluyendo otros materiales, como homopolímeros y copolímeros de policaprolactona (PCL), y copolímeros de polidioxanona (PDO) han sido aceptados para su uso en dispositivos médicos. Otra aplicación usual de los poliésteres son las bolsas de compostaje y envasado.

### **1.5.2.3. Polímeros sintéticos**

Como los poliésteres alifáticos formados por cadenas lineales, a diferencia de los poliésteres insaturados (aromáticos) donde sus cadenas están compuestas de grupos benceno, que son los de uso común, las poliesteramidas y los poliuretanos, entre otros.

Finalmente se puede citar otra familia de polímeros que, a pesar de su reducido consumo, tienen aplicaciones como materiales degradables conocidas como las poliesteramidas. Estas poliesteramidas, tal y como indica su nombre son polímeros que contienen enlaces tipo éster (-COO-) y enlaces tipo amida (-CONH-) en la cadena principal. Actualmente, se comercializan dos poliesteramidas: BAK1095 y BAK2195 producidas por la casa

comercia Bayer AG-Alemania. La primera es un copolímero constituido por ácido adípico, 1,4-butanodiol y caprolactama, totalmente biodegradable, con buenas propiedades y fácil procesado. Por su parte, el BAK2195 se basa en el ácido adípico y la hexametildiamina como componentes amida, y el ácido adípico con butanodiol y etilenglicol como componentes éster. Entre las potenciales aplicaciones del BAK está su uso en horticultura, agricultura, sectores alimenticios y como bolsas de basura. Es un termoplástico semicristalino, transparente, que se degrada en condiciones aeróbicas formando agua, monóxido de carbono y biomasa. Su velocidad de degradación es comparable a los materiales orgánicos que se descomponen bajo condiciones de compostaje.

Entre las poliesteramidas de mayor interés científico están aquellas derivadas de  $\alpha$ -aminoácidos, que constituyen un grupo interesante debido a su susceptibilidad hacia la degradación con enzimas proteolíticas. Aunque los poli- $\alpha$ -aminoácidos sintéticos podrían ser interesantes como materiales biomédicos, dado la presencia de componentes naturales, en la práctica tienen poca utilidad debido a su alta cristalinidad y difícil procesabilidad. Además, los polímeros constituidos por más de tres aminoácidos producen anticuerpos y, por tanto, no son apropiados para su uso en seres vivos. Para evitar estos problemas, se han estudiado distintos copolímeros constituidos por  $\alpha$ -aminoácidos. Así, por ejemplo derivados de tirosina y policarbonatos, son utilizados como implantes ortopédicos, dado su elevada resistencia.

## 1.6 Síntesis, Propiedades y Aplicaciones del Ácido poliláctico (PLA)

### Ácido Poliláctico (PLA)

El ácido poliláctico (PLA), es un biopolímero termoplástico cuya molécula precursora es el ácido láctico. Debido a su biodegradabilidad, propiedades de barrera y biocompatibilidad, éste biopolímero ha encontrado numerosas aplicaciones ya que presenta un amplio rango inusual de propiedades, desde el estado amorfo hasta el estado cristalino; propiedades que pueden lograrse manipulando las mezclas entre los isómeros D (-) y L (+), los pesos moleculares y la copolimerización.

El ácido láctico es utilizado ampliamente en la industria alimenticia, química, farmacéutica, del plástico, textil, la agricultura, la alimentación animal, entre otros; sin embargo, la aplicación más interesante del ácido láctico radica en la posibilidad que ofrece de producir ácido poliláctico (PLA).

El APL presenta propiedades que lo convierten en una alternativa que puede reemplazar a los polímeros derivados del petróleo como el polietiléntereftalato (PET) y poliestireno (PS) en el mercado de empaques de alimentos; exhibiendo propiedades físicas y mecánicas comparables [12]

El ácido láctico, ácido 2-hidroxiopropanoico, es el ácido carboxílico más simple con un átomo de carbono asimétrico. Puede producirse por fermentación anaeróbica de substratos orgánicos, con microorganismos como hongos y bacterias. El ácido láctico obtenido de la fermentación es ópticamente activo, por lo que la producción específica de los isótopos L (+) o D (-) puede determinarse utilizando un lactobacilo apropiado.

---

[12] MADIVAL S. et al., Assessment of the environmental profile of PLA, PET and PS clashell containers using LCA methodology, Journal of Cleaner Production 17, 2009, p. 1183-1194.

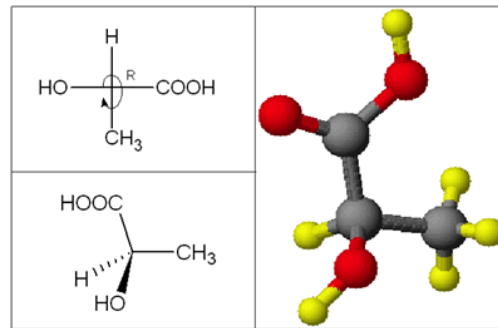


Figura 1.20: Ácido láctico con sus isómeros D y L

### 1.6.1 Síntesis y composición del PLA [13]

La obtención ocurre generalmente en dos etapas consecutivas: la primera la síntesis del ácido láctico y la segunda la polimerización.

El primer paso en el proceso es la extracción del almidón de la biomasa. Industrialmente se utilizan como sustratos, sacarosa proveniente de azúcar de caña y remolacha azucarera, lactosa proveniente de lactosuero, y dextrosa procedente de almidón hidrolizado. Para la extracción del almidón de productos no refinados se realiza un molido húmedo. El almidón obtenido se convierte en azúcar por hidrólisis enzimática o ácida. Bacterias fermentan entonces el licor azucarado. *Lactobacillus delbrueckii* es el microorganismo utilizado en la producción industrial, ya que tiene la ventaja de consumir eficientemente glucosa y ser termófilo con temperatura óptima de crecimiento en el rango de 45 a 62°C, lo que reduce costos de enfriamiento y esterilización, así como riesgos de contaminación microbiológica en el fermentador.

---

[13] URIBE M., Los Polímeros. Síntesis, caracterización, degradación y reología, Cuarta Edición, Instituto Politécnico Nacional, 2007, p. 239.

En el método de obtención comercial, al sustrato se le adiciona una fuente de vitaminas y de cofactores, se utiliza una mezcla de 10 a 15 % de glucosa, 10%  $\text{CaCO}_3$ , cantidades menores de fosfato de amonio y extracto de levadura. El medio se inocula y se agita sin aireación para optimizar la neutralización del ácido formado. La fermentación dura entre 2 a 4 días y se termina cuando todo el azúcar es consumido, con el fin de facilitar la purificación. Al final de la fermentación el medio es ajustado a pH 10 y calentado para solubilizar el lactato de calcio y coagular proteínas presentes. Posteriormente el medio se filtra para remover sustancias insolubles, así como biomasa. Después de concentrar por evaporación, el ácido libre se obtiene por adición de ácido sulfúrico seguido de filtración para remover el sulfato de calcio formado.

La conversión alcanza en general valores por encima del 95% en sustrato de carbohidratos. La fermentación puede realizarse tanto en procesos batch como continuos. El ácido láctico debe separarse del cultivo fermentable y purificarse antes de la polimerización en la mayoría de los casos. Los procesos de purificación más comunes involucran neutralización con bases seguido por filtración, concentración y acidificación.

En la figura 1.21, se visualiza las vías para la polimerización del ácido poliláctico

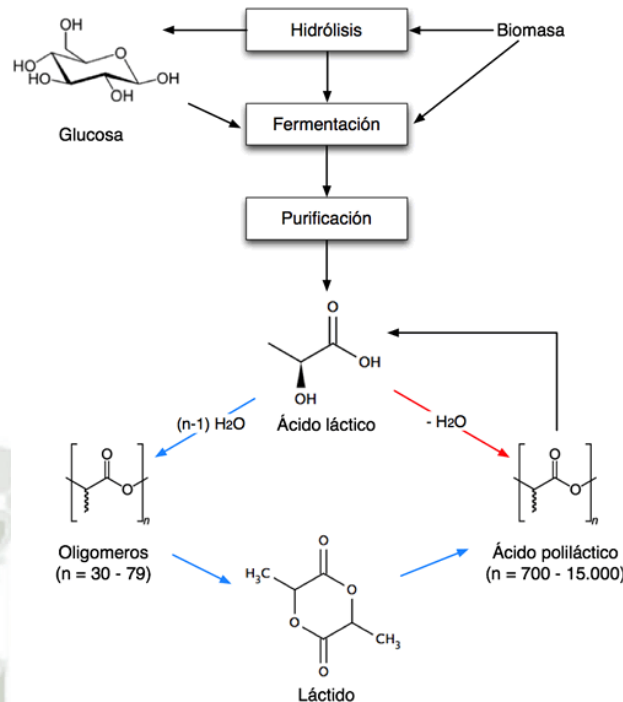


Figura 1.21: Vías para la polimerización del ácido poliláctico

Se han desarrollado dos vías fundamentales para convertir el ácido láctico en polímeros de alto peso molecular: el proceso indirecto vía láctido, cuyo producto se denomina poliláctido, y el proceso directo de polimerización por policondensación, produciendo ácido poliláctico. Ambos productos son agrupados bajo la denominación PLA.

La primera vía, es un proceso continuo utilizando polimerización por apertura de anillo del láctido. La condensación del ácido láctico acuoso produce un prepolímero de bajo peso molecular. El prepolímero se depolimeriza incrementando la temperatura de policondensación, reduciendo la presión y utilizando un catalizador organometálico, resultando en una mezcla de estéreo isómeros de láctido. La mezcla de láctidos es purificada por destilación al vacío, puesto que su composición determina las propiedades del producto final. En el paso final, el polímero de alto peso molecular se produce por polimerización catalítica por apertura del anillo del diláctido. Los monómeros remanentes se remueven por vacío y se reciclan.

En la segunda vía, el ácido láctico es policondensado directamente en polímeros de alto peso molecular, manipulando el equilibrio entre: ácido láctico, agua y ácido poliláctico en un solvente orgánico.

### 1.6.2 Propiedades mecánicas del PLA

Las propiedades físicas y mecánicas, farmacéuticas y de reabsorción dependen de la composición del polímero, de su peso molecular y de su cristalinidad. La cristalinidad puede ajustarse desde un valor de 0% a 40% en forma de homopolímeros lineales o ramificados, y como copolímeros al azar o de bloque.

La temperatura de procesamiento ( $T_g$ ) está entre 60 y 125°C y depende de la proporción de D o L ácido láctico en el polímero. Sin embargo el PLA puede ser plastificado con su monómero o alternativamente con ácido láctico oligomérico y esto permite disminuir  $T_g$ . [14].

El PLA tiene propiedades mecánicas en el mismo rango de los polímeros petroquímicos, a excepción de una baja elongación. Sin embargo esta propiedad puede ser afinada durante la polimerización (por copolimerización) o por modificaciones post polimerización (por ejemplo plastificantes).

El PLA puede ser tan duro como el acrílico o tan blando como el polietileno, rígido como el poliestireno o flexible como un elastómero. Puede además ser formulado para dar una variedad de resistencias. Las resinas de PLA pueden ser sometidas a esterilización con rayos gama y es estable cuando se expone a los rayos ultravioleta. Al PLA se le atribuyen también propiedades de interés como la suavidad, resistencia al rayado y al desgaste [15].

---

[14] CHEN CH. et al., Preparation and characterization of biodegradable PLA polymeric blends, *Biomaterials* 24, 2003, p. 1167-1173.

[15] DORGAN J. et al., Thermal and Rheological Properties of Commercial-Grade Poly(Lactic Acid), *Journal of Polymers and the Environment* Vol. 8, 2000, p. 1-9.

En la tabla 1.3, visualizamos las propiedades del PLA

Tabla 1.3 Propiedades mecánicas del Polímero

Masa Molecular (Kda)	% Cristalinidad	Viscosidad h (dL/g)	Densidad r (g/cm <sup>3</sup> )
L-PLA. 50 a 756	15 a 74	0,61 a 8,2	1,25
D.L. PLA. 21 a 550	0 (amorphe)	0,25 a 2,01	1,29
PLA.-P.G.A. 20 a 145	46 a 52	0,5 a 1,6	1,50 a 1,64

### 1.6.2.1 Propiedades atracción y flexión

El PLA semicristalino tiene una resistencia a la tracción del orden de 50 a 70 MPa, un módulo a la tracción en un rango de 3000 a 4000 MPa, elongación a la ruptura del 2 al 10%, resistencia a la flexión de 100 MPa y un módulo a la flexión de 4.000 a 5.000 MPa.

### 1.6.2.2 Resistencia al impacto

El objetivo principal de la prueba de impacto es observar el comportamiento de una material al ser impactado por un objeto en un punto específico. Esta prueba, es probablemente una de las más difíciles de interpretar. Para este tipo de materiales los valores de resistencia al impacto se obtienen mediante la ejecución de un ensayo de impacto Izod o charpy, a diferencia de otros polímeros donde estas propiedades se logran gracias a un ensayo de impacto por caída de dardo. Esta diferencia en el ensayo se da por dos razones fundamentales: (i) Las aplicaciones del PLA generan elementos donde existen cambios de geometría considerables y (ii) normalmente se trabajan con elementos de PLA de bajos espesores sometidos a cargas de impacto puntuales.

Dependiendo de la aplicación las probetas para la medición de la resistencia al impacto pueden o no tener una muesca. Esto depende de la geometría del elemento donde el material va a ser utilizado, ya que la resistencia al impacto del PLA es afectada por la muesca

fabricada en las probetas de ensayo. Los valores de resistencia al impacto Izod, del PLA se encuentran en el rango de 2 a 3 kJ/m<sup>2</sup> para materiales de baja cristalinidad. Sin embargo, la resistencia al impacto Izod con muesca los valores se reducen de 1,50 a 1,23 kJ/m<sup>2</sup>. El efecto de la muesca hace decrecer los valores de resistencia al impacto y en una investigación publicada en la revista “Polymer International” los autores Griijpma –Alteper reportaron que el decrecimiento de los valores está relacionado con el radio de la muesca.

### 1.6.3 Biodegradación del PLA [16]

La degradación del PLA es más lenta si la cristalinidad es elevada, si el contenido de L-P.L.A. es fuerte y si el peso molecular es elevado. En presencia de PLA, los microorganismos (hongos y bacterias) colonizan la superficie del polímero y son capaces de segregar enzimas que rompen en pequeños fragmentos el polímero; la colonización de la superficie depende de factores tales como la tensión superficial, porosidad y textura superficial y accesibilidad a las cadenas de polímeros. Los grupos hidrófilos de las enzimas (-COOH, -OH, -NH ) atacan los grupos ester de as 2 cadenas de polímeros mediante reacciones de hidrólisis seguida por reacciones de oxidación, de esta forma reducen el polímero a fragmentos de peso molecular inferiores a 500g/mol, los cuales pueden ser digeridos por los microorganismos. Las reacciones enzimáticas ocurren generalmente en medio acuoso. Las condiciones necesarias para que se pueda producir el roceso de biodegradación son: Presencia de microorganismos, oxígeno, humedad, nutrientes minerales, temperaturas entre 20 a 60°C dependiendo del microorganismo y pH entre 5-8.

---

[16] SHAH A. et al., Biological degradation of plastics: A comprehensive review, Biotechnology Advances 26, 2008,p. 246-265.

#### 1.6.4 Métodos de procesamiento del PLA

En esta sección se presentan los procesos de fabricación más utilizados para obtener productos de PLA. Entre los métodos más importantes y comunes en la industria se tiene:

- Secado y extruido: como paso previo al procesamiento del PLA.
- Moldeo por inyección: para la elaboración de elementos con geometrías complejas y que necesitan un alto grado de precisión.
- Moldeo por soplado y estiramiento: utilizado para la fabricación de botellas biodegradables.
- Moldeo de película y laminado: para la elaboración de láminas de bajos espesores y filmes para el empaquetamiento de productos.
- Soplado de película: para producir filmes de PLA con orientación biaxial que produce láminas y filmes de PLA con mejores propiedades mecánicas.
- Termoformado: para la elaboración de elementos con geometrías simples (contenedores) y que no necesitan un alto grado de precisión.

#### 1.6.5 Aplicaciones industriales del PLA

El ácido poliláctico a lo largo de los años ha sido trabajado mediante diferentes procesos, tales como el moldeo por extrusión, moldeo por inyección, moldeo por soplado y otros métodos que han sido expuestos en el acápite 1.2.4 del presente estudio. En general, la utilización de PLA tiene un desarrollo de más de tres décadas atrás en la fabricación de implementos para aplicaciones médicas. Sin embargo, para el caso de aplicaciones más comerciales e ingenieriles su desarrollo ha sido menor, y solamente a partir de la década de los noventa se han iniciado investigaciones para generalizar el uso del PLA [17].

---

[17] GALIĆ K. et al., The benefits of processing and packaging, Trends in Food Science Technology 22, 2011, p. 127-137.

El PLA como polímero biodegradable ha sido ampliamente estudiado gracias a su característica biodegradable y porque presenta propiedades tanto químicas como mecánicas favorables frente a otros materiales de su tipo. Además, de la posibilidad de mejorar sus propiedades mediante la adición de aditivos, catalizadores, fibras y otros que permiten aumentar el campo de acción del mismo sin afectar su naturaleza biodegradable.

### 1.7. Compuestos biodegradables [18]

Los materiales compuestos son atractivos porque combinan propiedades de diferentes materiales en formas que no son encontradas en la naturaleza. Estos materiales generalmente resultan en compuestos de baja densidad, alta rigidez y propiedades específicas para diferentes aplicaciones. Entre algunos ejemplos de aplicaciones de estos materiales se tiene la estructura de guitarras, raquetas de tenis, partes de aviones, por ejemplo, más del 50% de las partes del Boeing 787 son elaborados con materiales compuestos disminuyendo el uso de aluminio. Además, el epoxi reforzado con fibra de vidrio es un material ideal utilizado en tanques y tuberías del sector petrolero. De igual manera, en la industria automotriz se utilizan en elementos de frenos, partes del tablero principal, ruedas y chasis.

El mercado de los compuestos reforzados por fibra es un negocio multimillonario donde la fibra de vidrio es la dominante y usada en un 95% de los casos para reforzar termoplásticos y termoestables. Sin embargo, en ciertos estudios se encontró que en algunas aplicaciones el uso de fibras naturales genera compuestos competitivos con los de fibra de vidrio. Por lo tanto, a partir de este descubrimiento se generaron dos nuevos conceptos: biocompuestos los cuales están formados de fibra natural y polímeros derivados de petróleo no degradables y los compuestos verdes donde tanto la matriz como los refuerzos son biodegradables.

---

[18] MOHANTY, A; MISRA, M; DRZAL, L; Natural fibers, biopolymers, and biocomposites; Taylor & Francis, Boca Raton, 2005.

### 1.7.1. Fibras naturales

Muchos plásticos por sí mismos no son adecuados para aplicaciones con soporte de cargas debido a sus deficiencias en resistencia, rigidez y estabilidad dimensional. Sin embargo, las fibras poseen alta resistencia y rigidez pero difícilmente son utilizadas en aplicaciones con soporte de carga debido a su estructura. Es así, que en compuestos con refuerzos de fibra, las fibras funcionan dando resistencia y rigidez a la estructura mientras que la matriz de plástico sirve como adherente para mantener las fibras en posición.

Las fibras naturales de origen vegetal son fibras materiales que se producen como resultado de la fotosíntesis. Estas fibras normalmente se refieren a vegetales, biomasa, fotomasa, agromasa, solarmasa o fibras fotosintéticas. Otro término utilizado para nombrarlas es el de fibras lignocelulósicas, ya que contienen tanto lignina como celulosa.

En términos de utilización, existen dos clasificaciones generales de las plantas de producción de fibras naturales: primarias y secundarias. Las plantas primarias son aquellas cultivadas por su contenido de fibra, mientras que las plantas secundarias son aquellas en las que las fibras vienen como un subproducto de la utilización de ciertas plantas primarias. Soga, cáñamo, kenaf, el sisal y el algodón son ejemplos de plantas primarias, mientras que los tallos de piña, cereales, agave, palma de aceite, banano y de coco son algunos ejemplos de plantas secundarias. En la tabla 1.3, visualizamos algunas propiedades físicas de distintas fibras naturales.

Tabla 1.4 Propiedades físicas de fibras naturales

Fibra	Densidad (g/cm <sup>3</sup> )	Celulosa (%)	Hemicelulosa (%)	Lignina (%)	Humedad (%)
Cáñamo <sup>a</sup>	1,48	88-90	7-10	1,5-2,0	3,5-8,0
Sisal	1,45	65	12	9,9	10
Plátano <sup>b</sup>	1,35	63-64	19	5	10-11
Piña <sup>b</sup>	1,53	81	-	12,7	13,5

### 1.7.2. Fibra vegetal

La fibra vegetal es el tejido de las plantas cultivadas o forestales que se utiliza con fines distintos de la alimentación. La fibra vegetal puede ser constituida por el floema (fibras bastas), la semilla, la hoja u otras partes de la planta. Los usos principales de la fibra son para la fabricación de papel, vestido, cuerdas o como sustrato en agricultura (en el caso de la fibra de coco) Las plantas para fibra vegetal se pueden cultivar en diferentes climas: el lino textil y la ortiga son propios de climas templados de verano fresco. El esparto, por su parte, es propio de climas mediterráneos semiáridos y el coco, el bambú y el abacá de climas ecuatoriales cálidos y lluviosos.

Son plantas cultivadas por su fibra: El sogá, El lino textil, el ramio, las cañas, el cáñamo, el abacá, la ortiga, el algodón, el bambú, plátano, el cocotero.

El refuerzo de polímeros, especialmente poliolefinas, con fibras vegetales está experimentando importantes avances tanto en sus propiedades y procesado como en su aceptación por el consumidor. Si a ello unimos el esfuerzo de utilizar plásticos reciclados como matriz conseguimos una mayor capacidad de reciclado y aprovechamiento, aún a costa de perder algo sus propiedades mecánicas.

Las hojas y tallos, pueden reportarle beneficios a la industria, la investigadora Lady Johana Rodríguez desarrolló un proceso químico que modifica la estructura interna de las fibras de plátano. Su innovación permite obtener superficies más uniformes, resistentes al desgaste ambiental, a las altas temperaturas y a la absorción del agua (son hidrofóbicas).

El tratamiento consiste en sumergirlas, por 24 horas, en una mezcla compuesta por epíclorhidrina (un solvente), reactivo anhídrido acético y acetona. Se lavan en acetona y agua destilada y se secan en un horno por un día. Luego se someten a pruebas de resistencia, de hidrofiliidad (absorción de agua), térmicas y de alcalinidad.

Una vez tratadas, las fibras repelieron el agua hasta en un 33,3% y su resistencia a la humedad del aire aumentó en un 32,43%, lo que extiende su

durabilidad. Además, mediante micrografías de microscopio electrónico de barrido (fotografías ampliadas cinco mil veces), se observó que la superficie estaba más lisa, lo que incrementa su adhesión a la matriz polimérica”, detalla la investigadora [19].

La prueba térmica, que mide la resistencia a las altas temperaturas, mostró un aumento de su capacidad de soportar calor de un 6,84%. Esta propiedad es necesaria para elaborar materiales biocompuestos, debido a que se emplean máquinas industriales que derriten los polímeros para adherirlos a las fibras.

En el refuerzo de polímeros se han empleado como matrices tanto termoplásticos como Termoestables, aunque las más ampliamente utilizadas han sido las primeras y más concretamente las poliolefinas como el polipropileno y los polietilenos de alta y baja densidad (HDPE y LDPE. La utilización de poliolefinas viene propiciada por las excelentes propiedades plásticas obtenidas en los compuestos y la mayor rigidez proporcionada por las fibras junto a un incremento en mayor o menor grado de las propiedades del producto con la incorporación de fibras naturales cortas. Dentro de las fibras naturales se utilizan como refuerzo, con mayor o menor acierto, una gran cantidad de las mismas como sogas, cáñamo, plátano, algodón, entre otras.

La condición de refuerzo se debe a la resistencia de las fibras, caracterizada por su dureza y la relación de forma de las mismas, la compatibilidad con la matriz que supone una transmisión de esfuerzos adecuada y la cantidad de fibra en el compuesto final, que viene condicionada por la orientación y ordenamiento de las fibras en la matriz.

---

[19] PICKERING, KIM; Properties and performance of natural-fibre composites; Woodhead Publishing Limited; Cambridge- England; 2008.

### 1.7.3. Biocompuestos

Los biocompuestos se definen como materiales que combinan fibras naturales como el sisal, sogá, kenaf y otros con una matriz de polímero biodegradable. Se utilizan fibras naturales ya que estas poseen ciertas ventajas frente a las fibras sintéticas, que incluyen biodegradabilidad, baja densidad, resistencia aceptable, bajo costo, alta dureza y menos uso de recursos no renovables. Consecuentemente el uso de este tipo de fibras ha ido incrementando.

#### 1.7.3.1. Procesamiento

Los principales problemas asociados al procesamiento de materiales compuestos biodegradables utilizando fibras naturales radican en la inestabilidad térmica, la falta de homogeneidad y la naturaleza hidrofílica de las fibras. Por lo tanto, los biopolímeros con temperaturas de fusión menores a 200°C deben ser seleccionados para minimizar la degradación de la fibra. Al igual que los polímeros biodegradables, estos materiales pueden ser procesados bajo diferentes técnicas; tales como, el termoformado, extrusión, moldeo por inyección y otros.

Fibras largas pueden ser utilizadas en procesos de moldeo por compresión lográndose mantener la longitud de las fibras. Sin embargo, el desgaste o daño de las fibras es significativo en los procesos de extrusión el cual normalmente precede al moldeo por inyección. Por lo tanto, estas dos técnicas no son confiables si se necesita mantener la longitud de las fibras. Para optimizar la dispersión de fibras (particularmente en procesos de extrusión e inyección) existen algunas formas para el mezclado antes del procesamiento de los especímenes. Para esto se usan extrusoras que en ciertas ocasiones se aplican en serie. Sin embargo, la falta de compatibilidad entre las fibras naturales y las matrices a menudo tiene más relación con las diferencias en la polaridad. Se han desarrollado modificaciones en la fibra y en la matriz para mejorar la dispersión y adhesión de la fibra en la matriz. Algunos métodos de procesamiento de materiales compuestos reforzados con fibras

naturales dan como resultado el deterioro de la fibra. En particular, algunos especímenes que se someten a las mezclas seguidas de una granulación antes de la inyección producen reducciones en la longitud de la fibra.

Debido a la naturaleza hidrofílica de las fibras naturales, estas deben secarse antes de su utilización, con el fin de optimizar las propiedades mecánicas, ya que el agua reduce la resistencia de la fibra en la interfaz; además, al momento de la evaporación de estos residuos de agua se produce porosidades. Por lo tanto, con el secado de las fibras se logra una mejora en la resistencia a la tracción y en el módulo de elasticidad en un 10 al 20%.

#### **1.7.3.2. Biocompuestos elaborados a base de PLA**

En el caso del PLA se pueden distinguir dos categorías de materiales. El primer grupo son aquellos productos que mayoritariamente son utilizados en aplicaciones médicas, mientras que el segundo grupo son los polímeros elaborados para aplicaciones estructurales. En este estudio toma en cuenta aquellos que son utilizados para aplicaciones estructurales.

Existen muchas razones por las cuales nace el interés de utilizar fibras naturales en matrices de polímero biodegradable. Entre estas se encuentran mejorar las propiedades mecánicas de las matrices, mejorar la estabilidad térmica, biodegradabilidad y la disminución del costo debido al reemplazo parcial de matriz por las fibras. Además, existen otras razones más específicas para preparar materiales compuestos a base de PLA. Primero, el PLA tiene una ventaja frente a otros polímeros biodegradables a escala comercial. A su vez, como ya se dijo anteriormente, el material posee buenas propiedades mecánicas similares a las del poliestireno. Finalmente, el PLA puede ser trabajado sin necesidad de equipo sofisticado y sus temperaturas de fusión son bajas permitiendo que las fibras no sufran biodegradación en la producción de materiales compuestos.

#### 1.7.4 Caña de Azúcar

La caña de azúcar es una planta proveniente del sureste asiático, se cultiva mucho en países tropicales y subtropicales de todo el mundo por el azúcar que contiene en los tallos, formados por numerosos nudos. Es un pasto gigante emparentado con el sorgo y el maíz. La caña alcanza entre 3 y 6 m de altura y entre 2 y 5 cm de diámetro. El sistema radicular lo compone un robusto rizoma subterráneo; El tallo acumula un jugo rico en sacarosa, compuesto que al ser extraído y cristalizado en el ingenio forma el azúcar. La sacarosa es sintetizada por la caña gracias a la energía tomada del sol durante la fotosíntesis con hojas que llegan a alcanzar de dos a cuatro metros de longitud. En su parte superior encontramos la panocha, que mide unos 30 cm. de largo.

El tronco de la caña de azúcar está compuesto por una parte sólida llamada fibra y una parte líquida, el jugo, que contiene agua y sacarosa. En ambas partes también se encuentran otras sustancias en cantidades muy pequeñas. Las proporciones de los componentes varían de acuerdo con la variedad (familia) de la caña, edad, madurez, clima, suelo, método de cultivo, abonos, lluvias, riegos, etc. Sin embargo, unos valores de referencia general pueden ser:

agua	73 - 76 %
sacarosa	8 - 15 %
fibra	11 - 16 %

La sacarosa del jugo es cristalizada en el proceso como azúcar y la fibra constituye el bagazo una vez molida la caña.

Las hojas de la caña nacen en los entrenudos del tronco. A medida que crece la caña las hojas más bajas se secan, caen y son reemplazadas por las que aparecen en los entrenudos superiores. También nacen en los entrenudos las yemas que bajo ciertas condiciones pueden llegar a dar lugar al nacimiento de otra planta.

La temperatura, la humedad y la luminosidad, son los principales factores del clima que controlan el desarrollo de la Caña. La Caña de Azúcar es una planta tropical que se desarrolla mejor en lugares calientes y soleados. Cuando prevalecen temperaturas altas la caña de azúcar alcanza un gran crecimiento vegetativo y bajo estas condiciones la fotosíntesis se desplaza, hacia la producción de carbohidratos de alto peso molecular, como la celulosa y otras materias que constituyen el follaje y el soporte fibroso del tallo. Es indispensable también proporcionar una adecuada cantidad de agua a la caña durante su desarrollo, para que permita la absorción, transporte y asimilación de los nutrientes. La Caña de Azúcar se cultiva con éxito en la mayoría de suelos, estos deben contener materia orgánica y presentar buen drenaje tanto externo como interno y que su PH oscile entre 5.5 a 7.8 para su óptimo desarrollo. Se reportan buenos resultados de rendimiento y de azúcar en suelo de textura franco limoso y franco arenoso.

La faena de la recolección se lleva a cabo entre los once y los dieciséis meses de la plantación, es decir, cuando los tallos dejan de desarrollarse, las hojas se marchitan y caen y la corteza de la capa se vuelve quebradiza. Se quema la plantación para eliminar las malezas que impiden el corte de la Caña. Aunque se han ensayado con cierto éxito varias máquinas de cortar caña, la mayor parte de la zafra o recolección sigue haciéndose a mano. El instrumento usado para cortarla suele ser un machete grande de acero con hoja de unos 50 cm de longitud y 13 cm de anchura, un pequeño gancho en la parte posterior y empuñadura de madera. La Caña se abate cerca del suelo y se corta por el extremo superior, cerca del último nudo maduro, ya cortadas se apilan a lo largo del campo, de donde se recogen a mano o a máquina para su transporte al Ingenio, que es un molino en el cual se trituran los tallos y se les extrae el azúcar. El azúcar se consigue triturando los tallos y maceran con poderosos rodillos estriados de hierro y se someten, simultáneamente, a la acción del

agua para diluir el jugo ya que contiene alrededor del 90% de sacarosa existente en la Caña. El jugo se trata con cal y se calienta para que se precipiten las impurezas; se concentra luego por evaporación y se hierva para que cristalice. Posteriormente se dejan enfriar los cristales y se refina la melaza: se disuelve en agua caliente y se hace pasar a través de columnas de carbón gracias a lo cual los cristales se decoloran.



Figura 1.22: Caña de Azúcar

### Usos de la caña de azúcar

La Caña de Azúcar se utiliza preferentemente para la producción de Azúcar, adicionalmente se puede utilizar como fuente de materias primas para una amplia gama de derivados, algunos de los cuales constituyen alternativas de sustitución de otros productos con impacto ecológico adverso (cemento, papel obtenido a partir de pulpa de madera, etc). Los residuales y subproductos de esta industria, especialmente los mostos de las destilerías contienen una gran cantidad de nutrientes orgánicos e inorgánicos que permiten su

reciclaje en forma de abono, alimento animal, etc. En este sentido es importante señalar el empleo de la cachaza como fertilizante, las mieles finales y los jugos del proceso de producción de azúcar pueden emplearse para la producción de alcohol, lo que permite disponer de un combustible líquido de forma renovable y la incorporación de los derivados tradicionales (tableros aglomerados, papel y cartón, cultivos alternativos para alimento animal y mieles finales). Una pequeña parte la producción de Caña de Azúcar tiene fines de producción de piloncillo, el cual se obtiene de la concentración y evaporación libre del jugo de la caña, también es conocido como panela. El piloncillo tiene varios usos, como materia prima en la industria de la repostería, pastelería, y como endulzante en diversos alimentos y también se usa para la elaboración de alcohol y otros licores. Otra cantidad de caña aún más pequeña se utiliza como fruta de estación, aunque se vende todo el año, se concentra en la temporada navideña para las piñatas y el tradicional ponche.

Diferentes microorganismos asociados a sus raíces y algunos que crecen dentro de los tejidos de la planta (endófitos), como en el tallo y las hojas, pueden fijar el nitrógeno atmosférico, lo que permite su cultivo en muchas zonas sin aporte de abonos nitrogenados.

### **1.8. Clases de Polímeros Biodegradables**

Los polímeros biodegradables se clasifican en:

- Polímeros que son naturalmente susceptibles al ataque microbiano. Ejemplos de polímeros naturales son proteínas, celulosa y almidón que contienen enlaces hidrolizables. Los poliésteres alifáticos como el APL presentan cadenas flexibles, lo que favorece la biodegradación por enzimas debido a que la cadena del polímero debe ser lo suficientemente flexible como para encajar en el sitio activo de la enzima.

- Polímeros sintéticos principalmente poliésteres, poliamidas, poliureas, polianhídridos, poliuretanos y polifosfacenos.
- Polímeros biodegradables naturalmente que se han modificado con aditivos y rellenos

### 1.9. Mezcla de Polímeros [20]

En muchas ocasiones se emplean mezclas de polímeros. La mezcla puede ser compatible o incompatible, dependiendo de que, en el ámbito molecular, la distribución de ambos polímeros sea o no homogénea, produciéndose en este último caso, separación de fases. La mezcla resultante tiene unas características físicas diferentes de los polímeros originales, además estas propiedades se pueden modificar alterando la composición de la mezcla. Así, por ejemplo, se han estudiado mezclas de ácido polihidroxi-butírico con polianhídrido sebácico (PSA), observándose una liberación constante de fármaco durante un período comprendido entre dos semanas y varios meses. La velocidad de liberación aumenta con el contenido en PSA. Este hecho está relacionado con la mayor velocidad de degradación del PSA.

Las ventajas de estos sistemas son las siguientes: por una parte se pueden mejorar las propiedades físicas y mecánicas del sistema, por otra parte, se pueden diseñar dispositivos cuya velocidad de liberación se mayor o menor sin más que alterar la composición.

La obtención de mezclas poliméricas es una alternativa para modificar polímeros, mejorar su procesamiento, reducir costos o aumentar sus propiedades. Un método de obtención de mezclas es a través del uso de un extrusor, equipo en el cual el polímero durante su procesamiento presenta flujo laminar. Sin embargo, aunque se produzca turbulencia en el flujo no se forman movimientos arremolinados debido a la alta viscosidad presente en los polímeros fundidos.

---

[20] BOHLMANN, Op. Cit., p. 186-200

- En el mezclado se involucran dos mecanismos: dispersivo y distributivo.
- Mezclado distributivo, involucra la reorganización del flujo.
- Mezclado dispersivo o intensivo, depende del gradiente de concentración del material y ocurre espontáneamente, se involucran los altos niveles de resistencia a la ruptura que tienen las partículas.

Las propiedades finales de la mezcla dependen no solo del flujo y la resistencia del material fundido, sino también de la termodinámica, propiedades térmicas y reológicas de los polímeros que constituyen la mezcla. La mayor parte de las mezclas poliméricas son inmiscibles en el lugar donde el componente de menor proporción forma una fase dispersa o separada con el componente principal, el cual forma una fase continua llamada matriz polimérica.

Otro factor importante que causa un efecto en las propiedades finales de la mezcla es la morfología, la cual es influenciada por:

- Tensión interfacial (termodinámica): es una fuerza que va oponerse al crecimiento de la superficie de separación de fases, por lo tanto, una disminución en la tensión interfacial de la mezcla va afectar la morfología de sus dominios; por ejemplo, un polímero con menor tensión interfacial es más difícil de elongar.
- Mezcla y fusión: la temperatura de trabajo es fundamental para la integración de las dos fases poliméricas.
- Concentración del componente menor: el componente de la mezcla de menor proporción, forma dominios dentro del componente principal de la matriz polimérica [21].

---

[21] MORRIS B., Polymer blending for packaging applications, Ed. Elsevier, Multilayer flexible Packaging, Chapter 12, 2009, p. 137.

## CAPITULO 2

### PARTE EXPERIMENTAL

#### 2.1. Materiales y equipos de ensayo

Se utilizaron fibras del bagazo de caña de azúcar proveniente del valle de tambo cerca de Chucarapi. El polímero usado fue el PLA.

##### 2.1.1. Materiales

- Ácido Poliláctico (PLA)

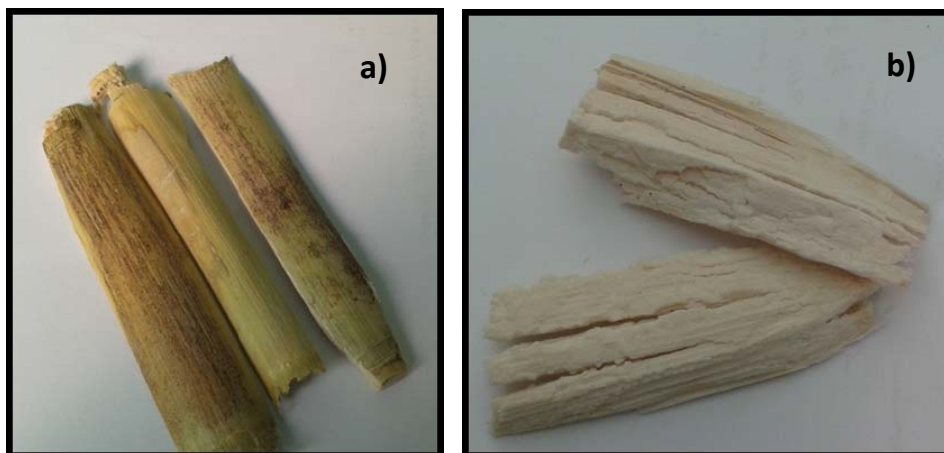


**Figura 2.1:** Pellets de PLA

- Caña de azúcar



**Figura 2.2:** Caña de azúcar



**Figura 2.3:** a) Corteza de la caña de azúcar, b) Meollo de la caña de azúcar

- Alcohol polivinílico



**Figura 2.4:** Alcohol polivinílico

- Cera Desmoldante



**Figura 2.5:** Cera desmoldante

- Thinner



**Figura 2.6:** Thinner

### 2.1.2. Equipos

A continuación se muestran los equipos usados para realizar las mezclas de los pellets con la caña de azúcar:

- Equipo brabender



**Figura 2.7:** Equipo Brabender

- Prensa para el termo formado.

Se utilizó una prensa hidráulica la cual posee unos platos que por medio de resistencias eléctricas son calentadas, esto permitirá desarrollar las probetas haciendo uso de las placas de acero inoxidable, con determinado espesor.



**Figura 2.8:** Prensa hidráulica

- Planchas o paletas de acero inoxidable empleadas como molde para fabricación de láminas planas.



**Figura 2.9:** Planchas de acero inoxidable.

- Accesorios: escobillas, llaves, vaso de precipitados y espátulas



**Figura 2.10:** Espátulas y utensilios

- Balanza



**Figura 2.11:** Balanza digital

- Molino



**Figura 2.12:** Molino

- Tamices



**Figura 2.13:** Juego de tamices

- Ro-Tap



**Figura 2.14:** Ro-Tap

- Equipos para fabricar las probetas: Sierra caladora



**Figura 2.15:** Sierra Caladora

- Vernier, micrómetro, cúter y marcador indeleble

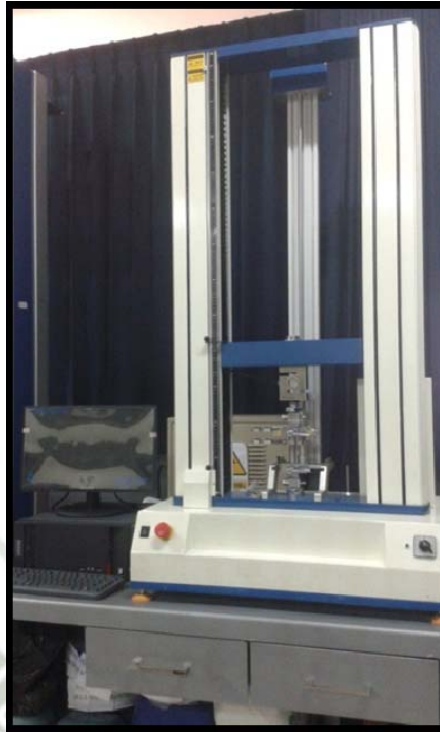


**Figura 2.16:** Vernier, micrómetro, cúter y marcador indeleble

- Equipo para el ensayo de tracción

**Tabla 2.1:** Descripción general del equipo de ensayo de tracción.

<b>DESCRIPCION GENERAL DEL EQUIPO</b>	
<b>Descripción (nombre del instrumento)</b>	Equipo ensayo de tracción para plásticos
<b>Tipo</b>	Digital
<b>Fabrican (Marca)</b>	Liyi-Tech
<b>Procedencia:</b>	China
<b>Modelo</b>	
<b>Número de serie</b>	131202
<b>Magnitud de medida</b>	Kg
<b>Rango (Escala de medición)</b>	0-2000 kg
<b>Resolución mínima graduación</b>	-
<b>Fecha:</b>	2013



**Figura 2.17:** Equipo para ensayo de tracción

- **Equipos para pruebas de dureza shore D.**



**Figura 2.18:** Equipo dureza Shore D

**Tabla 2.2:** Descripción general del durómetro Shore D

<b>DESCRIPCION GENERAL DEL EQUIPO</b>	
<b>Descripción (nombre del instrumento)</b>	Durómetro
<b>Tipo</b>	Analógico
<b>Fabrican (Marca)</b>	HANDPI
<b>Procedencia:</b>	Chino
<b>Modelo</b>	Pedestal: LD-J/Reloj: LX-D
<b>Número de serie</b>	321105449/ 8256986376
<b>Magnitud de medida</b>	Dureza Shore – D
<b>Rango (Escala de medición)</b>	0-100
<b>Resolución mínima graduación</b>	1
<b>Fecha:</b>	2013

- Máquina de ensayo de Charpy



**Figura 2.19:** Equipo de Charpy

**Tabla 2.3:** Descripción general del equipo de Charpy

<b>DESCRIPCION GENERAL DEL EQUIPO</b>	
<b>Descripción (nombre del instrumento)</b>	Máquina de Ensayo de Impacto
<b>Tipo</b>	Digital / Analógico
<b>Fabrican (Marca)</b>	Time Group INC.
<b>Procedencia:</b>	China
<b>Modelo</b>	
<b>Número de serie</b>	
<b>Magnitud de medida</b>	J (Joule)
<b>Rango (Escala de medición)</b>	0-50 J
<b>Resolución mínima graduación</b>	Digital: 0.1 J / Analógico: 1 J
<b>Fecha:</b>	2014

- Máquina de ensayo de fluidez



**Figura 2.20:** Máquina de ensayo de fluidez

- Máquina de ensayo de flexión



Figura 2.21: Equipo de ensayo de flexión

Tabla 2.4: Descripción general del equipo de Flexión

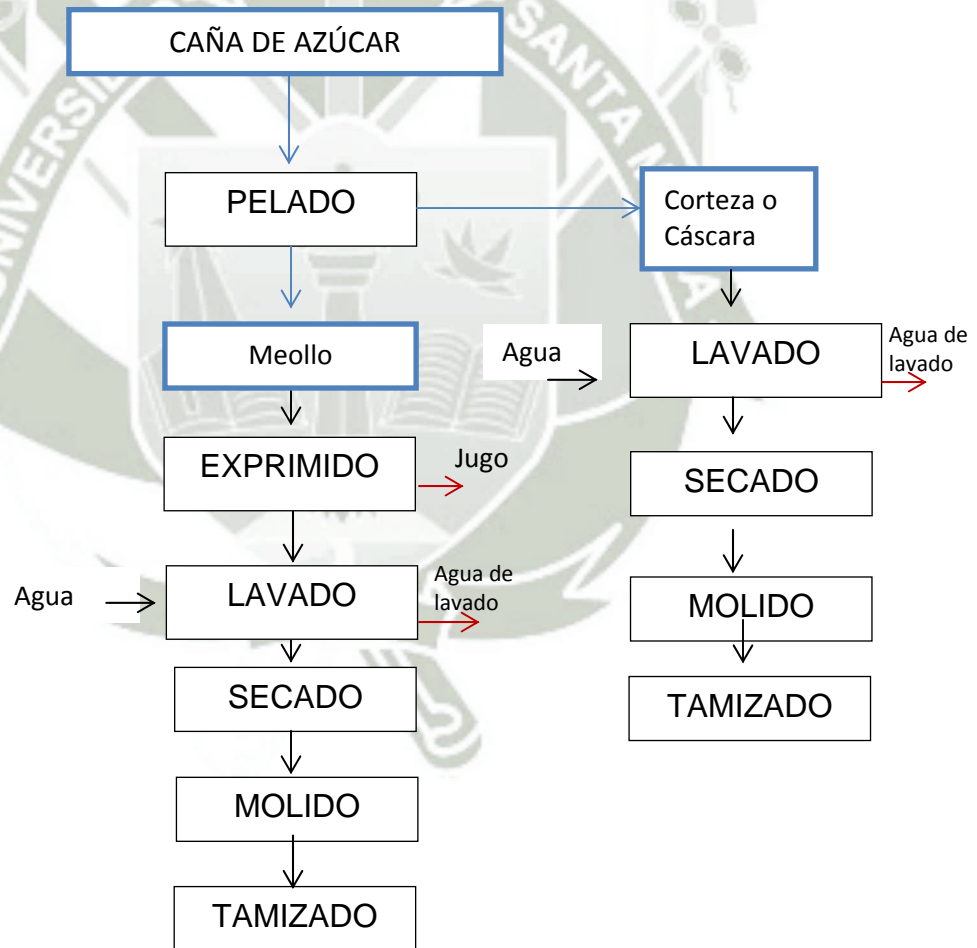
<b>DESCRIPCION GENERAL DEL EQUIPO</b>	
<b>Descripción (nombre del instrumento)</b>	Maquina Universal de Ensayo
<b>Tipo</b>	Digital
<b>Fabrican (Marca)</b>	Time Group INC.
<b>Procedencia:</b>	China
<b>Modelo</b>	WDW300E
<b>Número de serie</b>	215
<b>Magnitud de medida</b>	Kg (carga)
<b>Rango (Escala de medición)</b>	0-30000 Kg
<b>Resolución mínima graduación</b>	
<b>Fecha:</b>	2011-01

## 2.2. Estrategia metodológica

### 2.2.1. Acondicionamiento de la Caña de azúcar

Este paso consistió básicamente de los siguientes pasos:

- Pelado
- Exprimido
- Lavado del meollo y corteza
- Secado de Fibras.
- Molienda de Fibras.
- Tamizado de Fibras.



**Figura 2.22:** Preparación de la fibra de Caña de azúcar

Se trabajó con el bagazo de caña de azúcar (corteza y meollo) el cual se lavó para quitarle todo el jugo. El secado tanto para el meollo y la cascara se realizó a temperatura ambiente durante 72 h, para después proseguir con el proceso de molido por separado, finalmente se tamizó pasando por los tamices según Tabla N° 2.5.

**Tabla 2.5.** Mallas Usadas para el Tamizado

Numero	Serie ASTM	Abertura (mm)
1	10	2.00
2	25	0.707
3	50	0.297

Para realizar el tamizado se sigue el siguiente procedimiento:

- Se colocan los tamices de acuerdo a la serie tabla N°2.5 sobre la ro – tap para sacudirlos.
- Se pesa la muestra y se vierte en el tamiz superior.
- Se sacude por un periodo de 15 – 20 minutos.
- Se detiene y se pesan los finos producidos.
- Se registran los pesos retenidos sobre cada uno de los tamices y sobre el plato de finos.

### 2.2.2. Preparación del compuesto

Para la preparación del compuesto se trabajó según la tabla N°2.6, la cual nos indica las mezclas de PLA con fibra de caña de azúcar que debemos preparar. Los porcentajes de fibra usados para estas mezclas fueron 2.5 y 5.0 % y el porcentaje restante es del PLA.

De cada mezcla se obtuvo probetas para realizar los respectivos estudios de propiedades.

**Tabla 2.6.** Relación de Porcentajes y Pesos de los materiales en cada mezcla

Código	Fibras			PLA	
	Tipo	Peso (g)	Porcentaje (%)	Peso (g)	Porcentaje (%)
A	Bagazo de caña	0.50	2.5	20	97.5
B	Bagazo de caña	1.00	5.0	20	95.0
C	Corteza de caña	0.5	2.5	20	97.5
D	Corteza de caña	1.00	5.0	20	95.0
E	Meollo de Caña	0.5	2.5	20	97.5
F	Meollo de Caña	1.00	5.0	20	95.0

Fuente: Elaboración propia

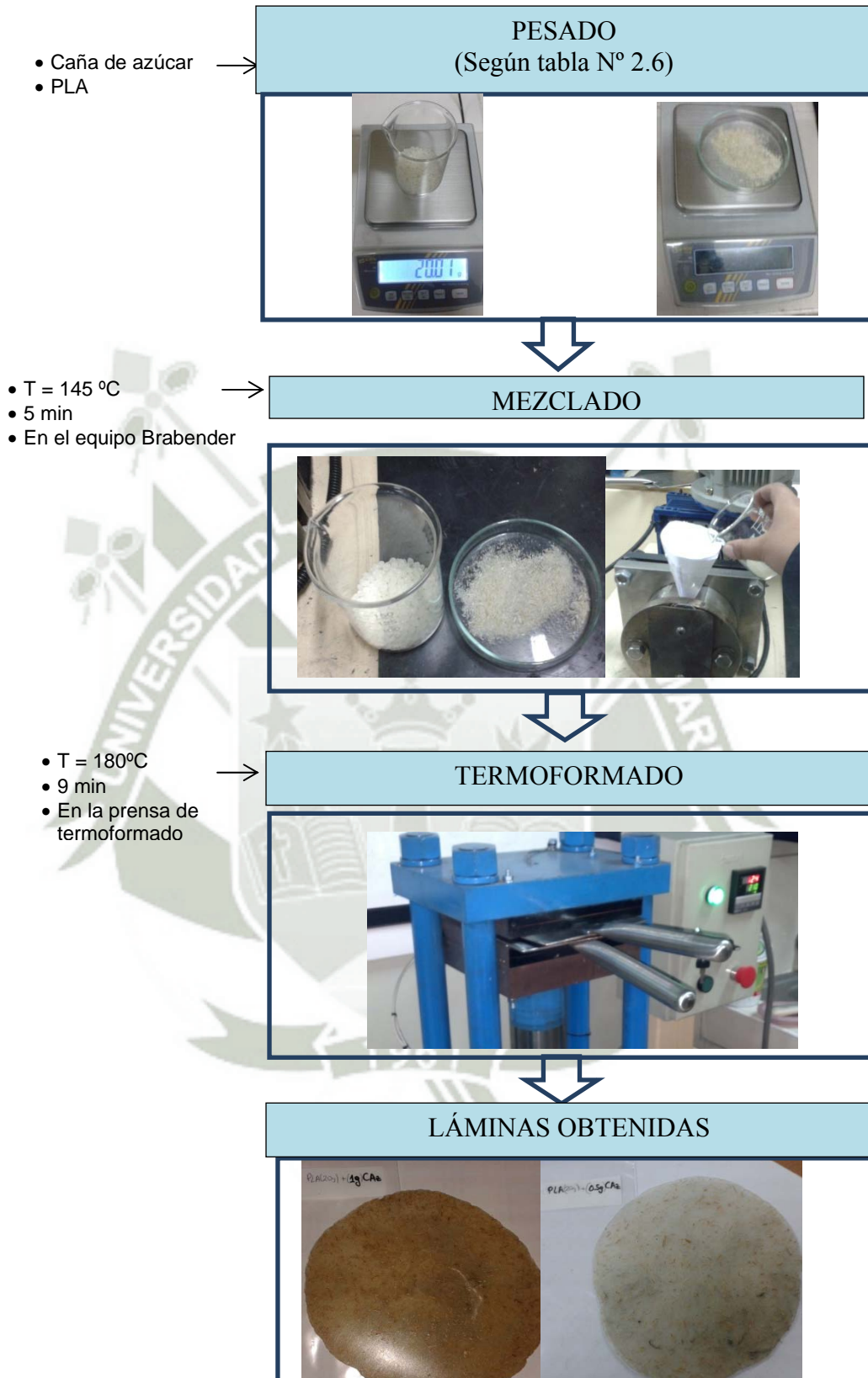


Figura 2.23: Procedimiento para la fabricación de compuestos de PLA

El procedimiento para la preparación del compuesto fue el siguiente:

1. Se pesaron las muestras de PLA, bagazo molido y fibra (Pasante malla #50) siguiendo la tabla N° 2.6.
2. Se procede a preparar las placas usando cera desmoldante y una capa de alcohol polivinílico.
3. Una vez obtenidas las proporciones se procedió a mezclarlas usando el equipo Brabender, primero se ablando el PLA a 145°C durante 3 minutos, después se añadió la fibra y se mezcló por 2 minutos a la misma temperatura.
4. Luego se extrajo la mezcla del brabender y haciendo una bola con todo el material extraído se coloca en los platos para realizar el termoformado con presión constante a una temperatura de 180°C durante 9 minutos; para finalmente obtener las láminas para los ensayos.
5. Enfriar y extraer la lámina formada.

## **2.3 Caracterización mecánica de las probetas fabricadas**

### **2.3.1 Ensayos de tracción de acuerdo con ASTM D 882-02**

Las propiedades tensiles de las mezclas fueron ensayadas empleando una máquina de ensayos LIYI, a una velocidad de jalado de 20 mm/min.

#### **2.3.1.1 Obtención de probetas normalizadas para el ensayo de tracción**

Las probetas son obtenidas luego del termoformado con o sin carga, para la obtención de las probetas se siguió el procedimiento según la norma D 882-02; este método de ensayo cubre la determinación de la propiedad de resistencia a la tracción de los plásticos en forma de lámina delgada.

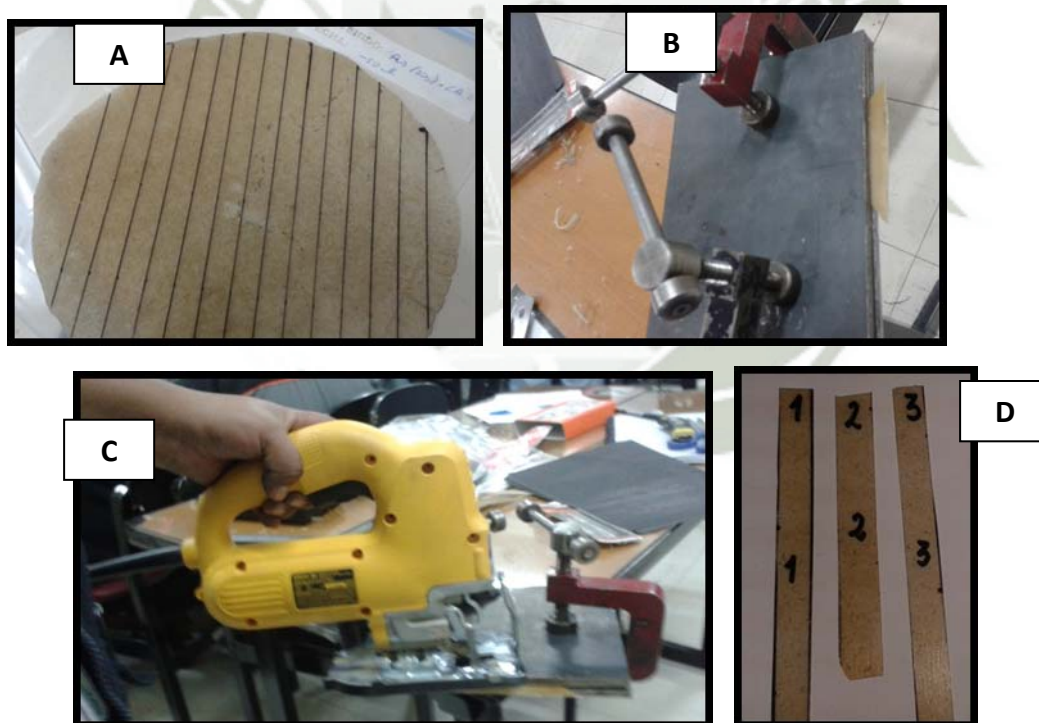
Según la norma las probetas consistirán en tiras de uniforme anchura y espesor. La anchura nominal de las muestras no deberá ser menor de 5,0 mm (0,20 pulg) o mayor que 25,4 mm (1 pulg).

Se debe tener mucho cuidado al cortar las muestras para evitar cortes y desgarros que puedan provocar fracasos prematuros. Los bordes deberán ser paralelos a menos de 5% de la anchura sobre la longitud de la muestra entre las mordazas.

Siempre que sea posible, se deben seleccionar los especímenes de ensayo de manera que el espesor sea uniforme.

Para la fabricación de las probetas se siguió el siguiente procedimiento:

- Marcar la lámina delgada haciendo líneas de corte cada 10 mm de ancho.
- Colocar la lámina entre dos planchas para sujetarla, ajustando el borde de las planchas cerca de la línea de corte.
- Colocar dos sujetadores.
- Con la sierra caladora hacer un corte encima de la línea dibujada.
- Quitar los bordes excedentes de las probetas con lijador N° 220 y 400 para evitar fisuras o concentradores de esfuerzos.



**Figura 2.24:** Cortado de las láminas. A) Marcado de las láminas. B) Sujetado de la lámina

C) Corte con la sierra caladora. D) Probetas obtenidas

### 2.3.1.2 Procedimiento del Ensayo de Tracción

- Seleccione un rango de carga de tal manera que se produzca el fallo dentro de sus dos tercios superiores. Unas ejecuciones de prueba pueden ser necesarias para seleccionar una combinación adecuada de rango de carga y el ancho de muestra.
- Medir el área de la sección transversal de la muestra en varios puntos a lo largo de su longitud. Mida el ancho con un vernier a una exactitud de 0,25 mm (0,010 in.). Mida el espesor con una precisión de 0,0025 mm (0,0001 in.)
- Establecer la separación de agarre inicial.
- Ajuste la velocidad de separación de las mordazas, basado en la distancia inicial entre las mordazas.
- Colocar la muestra de ensayo en las mordazas de la máquina de prueba, teniendo cuidado de alinear el eje largo de la muestra con una línea imaginaria que une los puntos de unión de las mordazas a la máquina. Apretar las mordazas de manera uniforme y con firmeza al grado necesario para reducir al mínimo el deslizamiento de la muestra durante la prueba.
- Ingresar los datos de la probeta, como longitud de ensayo, ancho y espesor de la probeta.
- Inicie la carga de la máquina.
- Al observar el rompimiento de la probeta detener el ensayo.
- Retirar la probeta.
- Medir la longitud final de la probeta.

### 2.3.1.3 Cálculos

- A. Resistencia a la tracción (nominal) se calculará dividiendo la carga máxima por el área transversal de la sección de la muestra. El resultado se expresará en fuerza por unidad de área, usualmente Mega pascales (o libras-fuerza por pulgada cuadrada).
- B. Tensión de rotura (nominal) de la misma manera como la resistencia a la tracción, excepto que la carga en ruptura se utiliza en lugar de la carga máxima.

- C. Porcentaje de alargamiento a la rotura se calculará dividiendo la extensión en el momento de la ruptura del espécimen por la longitud de referencia inicial de la muestra y multiplicando por 100.
- D. Módulo Elástico se calculará mediante la elaboración de una recta tangente a la porción lineal inicial de la curva de carga-extensión, seleccionando cualquier punto de esta tangente, y dividiendo la resistencia a la tracción por el área correspondiente.

### 2.3.2 Resistencia al Impacto ASTM D-6110-04

Estos métodos de pruebas cubren la determinación de la resistencia de los plásticos al impacto de tipo de péndulos-martillos estandarizados. La tenacidad es una medida de la cantidad de energía que un material puede absorber antes de fracturar. Evalúa la habilidad de un material de soportar un impacto sin fracturarse.

Esta propiedad se valora mediante una prueba sencilla en una máquina de ensayos de impacto.

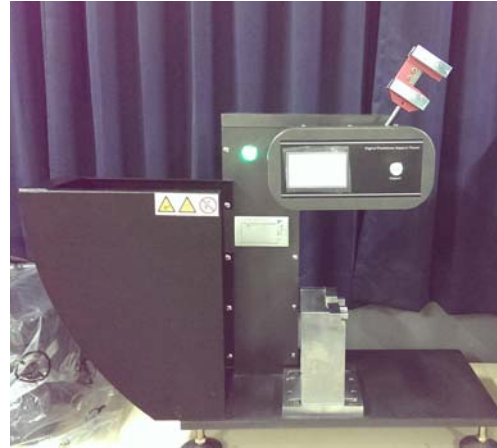
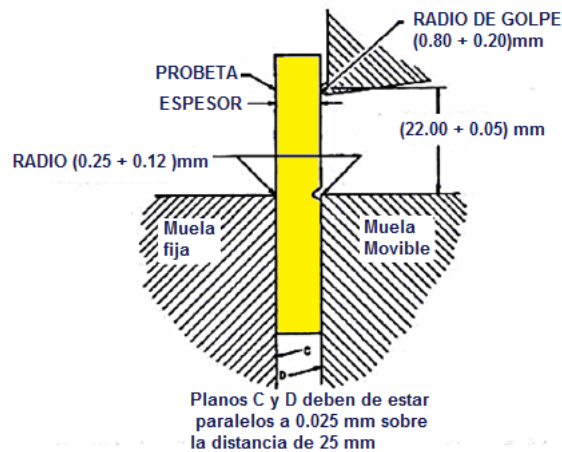
Los resultados son reportados en términos de energía absorbida por unidad de ancho del espécimen o por unidad de área transversal bajo la hendidura.

El ensayo de impacto genera datos útiles cuantitativos en cuanto a la resistencia del material al impacto.

Existen dos maneras distintas de realizar el ensayo el método Izod y el método Charpy; la diferencia radica en la posición de la probeta entallada.

#### **Tipos de Prueba**

El método de la prueba “A”, la probeta de ensayo es sostenido como una viga en cantiléver vertical siendo rota por una simple oscilación del péndulo o martillo. La línea de contacto inicial está a una distancia fijada desde el sujetador de la probeta y desde el centro de la hendidura o entallamiento y en la misma cara del entallamiento.



**Figura 2.25:** Relación del tornillo de sujeción, probeta y borde de impacto entre sí para métodos de Prueba Izod A y C / y de Ensayo Charpy

La energía perdida por el péndulo durante la rotura de la probeta es la suma de:

- Energía para iniciar la fractura de la probeta.
- Energía para propagar la fractura a través de la probeta
- Energía para lanzar el o los extremos libres de la probeta rota.
- Energía para curvar la probeta.
- Energía para producir vibración en el brazo del péndulo.
- Energía para producir vibración libre o movimiento horizontal en la armadura o en la base de la máquina.
- Energía para superar la fricción en el rodamiento del péndulo y en el mecanismo indicado y superar el arrastre de aire del péndulo.
- Energía para deformar plásticamente a la probeta en la línea de impacto.
- Energía para superar la fricción causada por el roce del golpeador (u otra parte del péndulo) sobre la cara de la inclinación del espécimen.

El tipo de falla para cada probeta será anotado como uno de las cuatro categorías listadas a continuación:

- **C:** Rompimiento completo, un rompimiento donde la probeta se separa en dos o más piezas

- **H:** Rompimiento tipo Bisagra, un rompimiento incompleto.
- **P:** Rompimiento parcial, un rompimiento incompleto que tiene fracturado al menos el 90 % de la distancia entre el vértice de la hendidura y el lado opuesto.
- **NB:** No Rompimiento. Un rompimiento incompleto donde la fractura se extiende menos del 90 % de la distancia entre el vértice de la hendidura y el lado opuesto

### 2.3.2.1 Obtención de probetas para el ensayo de Charpy

Se usaran como probetas de ensayo, aquellas probetas obtenidas después del uso del plastometro.

### 2.3.2.2 Procedimiento del Ensayo de Charpy

Al menos deben de ser ensayadas 5 probetas de cada muestra a ser probada.

Si la maquina está equipada con un sistema indicador digital, seguir las indicaciones del fabricante para corregir la fricción y demás perdidas de energía.

1. Conectar y encender el equipo, seleccionar en el modo las condiciones requeridas; masa del martillo, unidades de la energía (joule).
2. Subir el martillo a la posición más elevada
3. Pesar la probeta de ensayo
4. Medir la longitud (mm) y el área transversal (mm<sup>2</sup>) en la zona de entalladura.
5. Colocar la probeta de ensayo en el equipo.
6. Ingresar los datos de la probeta (ítems 3 y 4)
7. Realizar el ensayo liberando el martillo para que impacte la probeta
8. Es necesario que utilice varias probetas para este ensayo de manera que al final pueda determinar el promedio del material que está ensayando.
9. Registre los datos.

### 2.3.3 Ensayo de flexión de acuerdo con ASTM D 7264-07

Este método de ensayo determina la rigidez a la flexión y propiedades de resistencia de los materiales compuestos de matriz polimérica.

**Procedimiento A:** De tres puntos del sistema de carga que utiliza carga central en una viga simplemente apoyada.

**Procedimiento B:** De cuatro puntos el sistema de carga utiliza dos puntos de carga igualmente separados de su soporte, con una distancia entre los puntos de carga de la mitad del tramo de apoyo.

#### 2.3.3.1 Obtención de probetas para el ensayo de Flexión

Las probetas obtenidas luego del termoformado serán cortadas y unidas para generar una probeta la cual será luego ensayada, se tendrá que registrar el espesor y el ancho de las probetas a evaluar.

#### 2.3.3.2 Procedimiento del Ensayo de Flexión

De la norma se escogió trabajar con el procedimiento A, el esquema se muestra en la Figura N° 2.26.

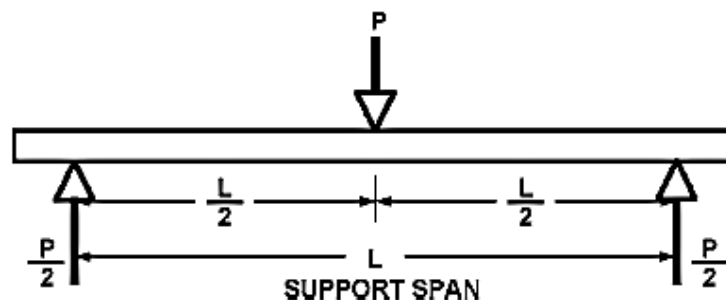


Figura 2.26. Flexión-Procedimiento A

- Antes de la prueba, medir y registrar la anchura y el espesor en la sección media de la muestra, así como también la longitud de las muestras, a la precisión especificada.
- Definir la velocidad de ensayo.
- Alinear el punzón de la carga (s) y soportar de manera que los ejes de las superficies cilíndricas sean paralelas. Para el procedimiento A, la carga estará al medio entre los soportes.
- Centrar la muestra en los soportes, con el eje largo de la muestra perpendicular al punzón de la carga y apoyos.
- Aplicar la fuerza a la muestra a la velocidad de ensayo antes definida.
- Mida y registre los datos de esfuerzo-deformación tal que se obtenga un mínimo de 50 datos.

### 2.3.3.3 Cálculos

**Resistencia a la flexión**, la tensión máxima en el exterior de la superficie de una muestra de ensayo de flexión correspondiente al pico más alto de fuerza aplicada antes del fallo a la flexión.

**Módulo de flexión**, la relación de rango de esfuerzos para rango de tensión correspondiente a una muestra de ensayo cargados en flexión.

**Modos de Falla**; para obtener resistencia a la flexión válida, es necesario que la rotura de la probeta se produzca en cualquiera de sus superficies exteriores, sin un fallo de cizalla interlaminar anterior o un fracaso aplastante bajo un soporte de carga. El fallo en la superficie puede ser una grieta, mientras que en la superficie de compresión puede ser de pandeo local. El pandeo puede ser que se manifiesta como la fibra de micro-pandeo o deformación a nivel de capa. Pandeo Ply-nivel puede resultar en, o ser precedido por delaminación de la hoja externa.

**La flexión máxima**, Procedimiento A - Cuando un haz de material homogéneo, elástico se prueba en flexión viga simplemente apoyada en dos puntos y se carga en el punto medio, la tensión máxima en la superficie exterior se produce a la mitad del

tramo. El estrés puede calcularse para cualquier punto de la curva de carga-deflexión por la siguiente ecuación:

$$\sigma = \frac{3PL}{2bh^2}$$

Dónde:

s = tensión en la superficie exterior en la mitad del tramo, MPa [psi],

P = fuerza aplicada, N [lbf],

L = longitud de apoyo, mm [pulg.],

b = ancho del haz, mm [pulg.], y

h = espesor del haz, mm [pulg.].

#### **2.3.4. Determinación de la Dureza ASTM D2240**

Este método permite la medición de la dureza mediante indentación de la muestra utilizando un penetrador estándar. La norma ASTM D2240-00 refiere escalas de medición de dureza (A, B, C, D, DO, O, OO), se utiliza para evaluar la dureza de penetración de materiales tales como: elastómeros, elastómeros-termoplásticos, caucho-vulcanizado y plásticos. El método consiste en dentar el espécimen usando un indentador de acero endurecido con la geometría y fuerza específica, basado en la escala escogida de las mediciones. El desplazamiento de la punta del indentador se mide para el cálculo de la dureza del material. Se utiliza una relación matemática para convertir los datos de desplazamiento en el número de dureza, este método está limitado dentro del rango de 0 a 100. A y D son las dos escalas más utilizadas.

##### **2.3.4.1. Obtención de probetas para el ensayo**

Las muestras deben cumplir con lo siguiente:

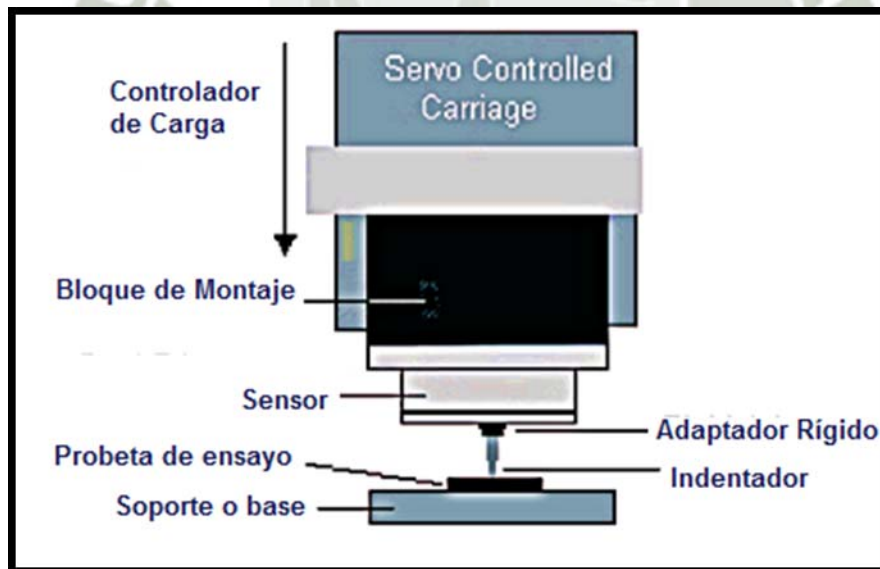
- ❖ El espesor de la muestra debe ser al menos 6,0 mm.
- ❖ Las caras superficiales deben de ser paralelas
- ❖ No deben de presentar rugosidad
- ❖ El área de ensayo mínimo de  $2.5 \text{ cm}^2$

#### 2.3.4.2. Procedimiento del Ensayo

Las cargas de prueba inicial y final especificados para todas las escalas se muestran en la tabla N° 2.7. Hay cuatro diferentes tipos penetradores (Tipo A y C; Tipo B y D; Tipo S, DO, y OO) que están disponibles para cubrir todas las ocho escalas de medidas de dureza Shore.

Antes de realizar el ensayo se debe:

1. Elija un indentador para una escala particular de la medición.
2. Montar a continuación el sensor de fuerza.
3. El esquema de prueba se muestra en la figura N° 2.27.



**Figura 2.27.** Esquema de configuración de prueba

El procedimiento seguido es el siguiente:

- ✓ Montar la muestra en la base inferior. Del durómetro
- ✓ Colocar la aguja roja en cero.
- ✓ Aplicar la carga.
- ✓ Observar la magnitud en el reloj marcador de la aguja roja.

**Tabla 2.7:** Carga (N) inicial y final para pruebas de dureza en varias escalas.

Carga	ESCALA							
	A	B	C	D	DO	O	OO	M
Inicial	0.55	0.55	0	0	0	0.55	0.203	0.324
Final	8.05	8.05	44.45	44.45	44.45	8.05	1.111	0.765

Fuente: Elaboración propia

### 2.3.5. Determinación del Índice de Fluidéz ASTM 1238

Este método de prueba cubre la tasa de extrusión de resinas fundidas a través de un dado de una longitud y diámetro específico bajo condiciones de temperatura, carga y posición del pistón en el barril. También se mide el tiempo de salida de cierta longitud de material fundido.

Existen dos procedimientos: A y B. El procedimiento A es una operación manual de corte basada en el tiempo usado para materiales que tienen tasas de flujo aproximadas entre 0.15 y 50 g/10min. El procedimiento B es una medición de la tasa de flujo cronometrada automáticamente usada para materiales con flujos desde 0.50 hasta 900g/10min. Mediante ambos procedimientos, la carrera del pistón es generalmente la misma durante la medición cronometrada, el pie del pistón está entre 46 y 20.6 mm sobre el dado.

Este ensayo es muy útil para pruebas de control de calidad de termoplásticos. Nos indica la Uniformidad de la tasa de flujo del polímero asemejando que fue fabricado mediante un proceso individual y, en este caso, puede ser indicativo de uniformidad de otras propiedades. Sin embargo, la uniformidad de la tasa de flujo

entre varios polímeros no pueden, en ausencia de otras pruebas, indicar uniformidad de otras propiedades.

La tasa de flujo obtenida mediante el plastometro de extrusión no es una propiedad fundamental del polímero.

### 2.3.5.1 Obtención de probetas para el ensayo.

El espécimen de prueba puede estar en cualquier forma por ejemplo: polvo, pellets, films, placas, etc

### 2.3.5.2 Procedimiento del Ensayo

Las condiciones estándar de prueba están dadas en la tabla N° 1 de la norma ASTM D-1238. El sistema alfabético usado previamente para designar las condiciones de prueba están mostradas en la figura N° 2.28, solo para referencia.

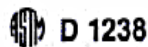


Tabla 1 Condiciones de prueba de Temperatura y Carga estándar

Condición		Temperatura, °C	Carga total incluida incluido el pistón, kg	Presión Aproximada	
Solo para referencia	Designación Estándar			kPa	psi
	A	125	0.325	44.8	6.5
	B	125	2.16	298.2	43.25
	C	150	2.16	298.2	43.25
	D	190	0.325	44.8	6.5
	E	190	2.16	298.2	43.25
	F	190	21.60	2982.2	432.5
	G	200	5.0	689.5	100.0
	H	230	1.2	165.4	24.0
	I	230	3.8	524.0	76.0
	J	265	12.5	1723.7	250.0
	K	275	0.325	44.8	6.5
	L	230	2.16	298.2	43.25
	M	190	1.05	144.7	21.0
	N	190	10.0	1379.0	200.0
	O	300	1.2	165.4	24.0
	P	190	5.0	689.5	100.0
	Q	235	1.0	138.2	20.05
	R	235	2.16	298.2	43.25
	S	235	5.0	689.5	100.0
	T	250	2.16	298.2	43.25
	U	310	12.5	1723.7	250.0
	V	210	2.16	298.2	43.25
	W	285	2.16	298.2	43.25
	X	315	5.0	689.5	100.0

Figura 2.28: Tabla de condiciones. Temperatura y carga estándar para la prueba ASTM D

1238

Se sigue el siguiente procedimiento:

- Revisar el dado, el cilindro y las dimensiones de posición.
- Limpiar el aparato para cada prueba.
- Ver la tabla mostrada en la Figura N°2.28 para seleccionar las condiciones de temperatura y carga en concordancia con las especificaciones del material.
- Fijar la temperatura del plastometro de acuerdo al material, para nuestro caso se fijó la temperatura de 158°C.
- Asegurarse que el agujero del plastometro de extrusión este alineado en la dirección vertical.
- Pesar alrededor de 6 g. de muestra.
- Cargar la muestra pesada al cilindro de calentamiento por medio del embudo y compactar la muestra.
- Dejar calentar la muestra por 600 o 300 seg., hasta alcanzar la temperatura del ensayo
- Programe el tiempo de corte
- Colocar el pistón cargado en su lugar e inmediatamente de inicio al reloj para realizar los cortes.
- Registrar la masa extraída de cada probeta.
- Realizar los cálculos con la siguiente ecuación de modo que se obtendrá la tasa de flujo en gramos/10min.

$$IF = \frac{Pe \times t_{ref}}{t_{pc}}$$

donde:

**IF** = Índice de Fluidez, expresado en g/10min.

**Pe** = Peso de la porción extruida.

**t<sub>pc</sub>** = Tiempo programado de cada corte.

**t<sub>ref</sub>** = tiempo de referencia 10 min o 600 seg

### 3.4. Resumen de ensayos

**Tabla 2.8:** Resumen de ensayos

Ensayo	Bagazo		Corteza		Meollo	
PLA (g)	20	20	20	20	20	20
Masa de la carga (g)	0.5	1.0	0.5	1.0	0.5	1.0
Ensayo de tracción	x	X	X	x	X	X
Ensayo de flexión	x	X	X	x	X	X
Ensayo de Dureza	x	X	X	x	X	X
Ensayo de Impacto	x	X	X	x	X	X
Índice de Fluidez	x	X	X	x	X	X

**Fuente:** Elaboración propia

## CAPÍTULO 3

### ANÁLISIS Y DISCUSIÓN DE RESULTADOS

#### 3.1. Resultados del análisis de mallas

Después del molido de la corteza y meollo se tamizó utilizando las mallas según Tabla 3.1.

A continuación se presentan los resultados de los pesos obtenidos en cada malla.

**Tabla 3.1:** Análisis granulométrico del meollo

Malla ASTM	Abertura de malla	Peso retenido	% Retenido	% Retenido acumulado	% Pasante
	(mm)	gr.	(%)	(%)	(%)
10	2	0.00	0.00	0.00	100.00
25	0.707	0.78	3.85	3.85	96.15
50	0.297	7.24	35.74	39.59	60.41
-50		12.24	60.41	100.00	0.00
	TOTAL	20.26	100.00		

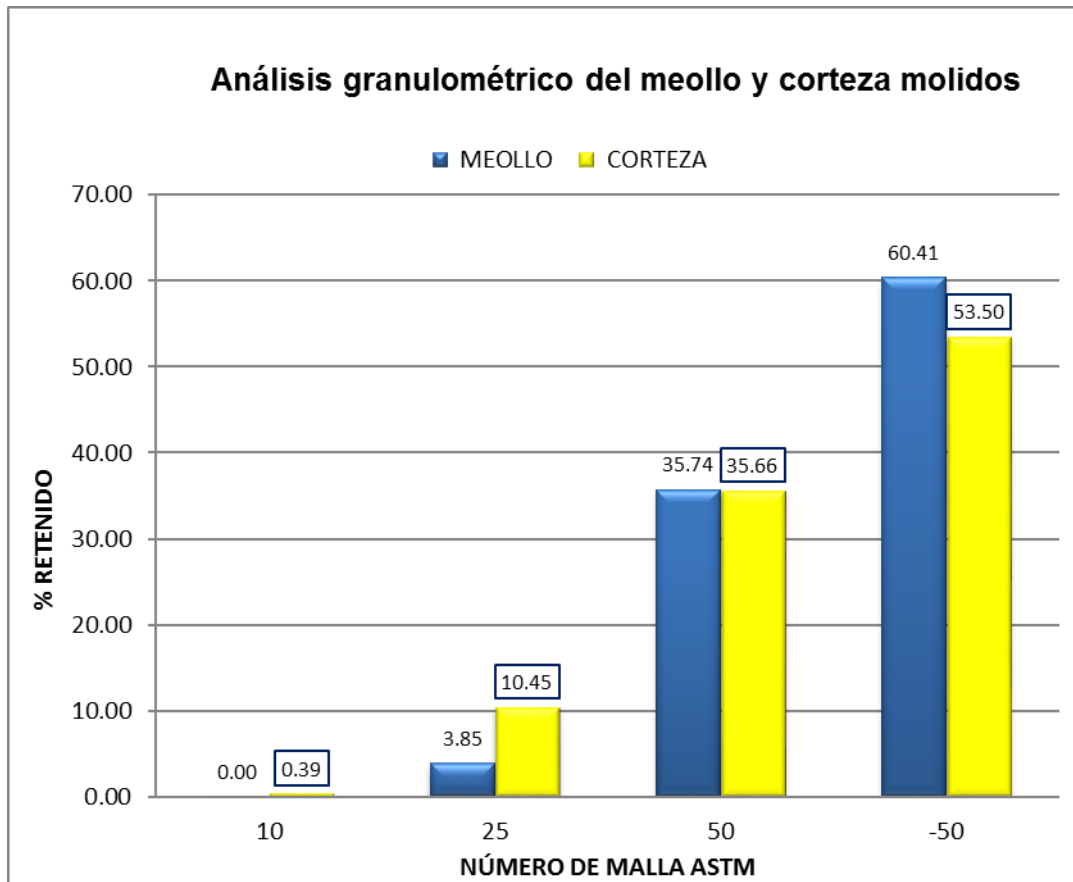
Fuente: Elaboración propia

**Tabla 3.2:** Análisis granulométrico de la corteza

Malla ASTM	Abertura de malla	Peso retenido	% Retenido	% Retenido acumulado	% Pasante
	(mm)	gr.	(%)	(%)	(%)
10	2	0.10	0.39	0.39	99.61
25	0.707	2.69	10.45	10.84	89.16
50	0.297	9.18	35.66	46.50	53.50
-50		13.77	53.50	100.00	0.00
	TOTAL	25.74	100.00		

Fuente: Elaboración propia

De acuerdo a la Figura N° 3.1 más del 50 % del material pasa por la malla 50 (tamaño menor a 0.297 mm); siendo 60.41 % para el meollo y 53.50 % para la corteza.



**Figura 3.1:** Análisis granulométrico del meollo y corteza molidos

**Descripción:** En el análisis granulométrico podemos observar que la relación de pasante tanto de meollo y de corteza se encuentran en forma escalonada.

### 3.2. Resultados de Prueba de Tracción

En la tabla 3.3 se muestran las propiedades del PLA puro usado para realizar todas las mezclas.

**Tabla 3.3** Propiedades del PLA puro

Propiedad	Unidad	Valor
Carga Máxima	N	270.801
Resistencia a la tracción	MPa	68.763
% de deformación	%	0.494
Dureza Shore	D (escala)	81
Tensión en la superficie exterior en la mitad del tramo (flexión)	MPa	12.49

**Fuente:** Obtención y caracterización mecánica de compósitos con matriz de biopolímero termoplástico de PLA. Espezúa E., Ponce E. 2014

### 3.2.1 Resultados de MEZCLA A y B: PLA con bagazo de caña de azúcar.

Luego de la preparación de las mezclas según la tabla 2.6 se obtuvieron las probetas, como se puede observar en la figura 2.24. La tabla 3.4 y 3.5 muestra las respectivas medidas de cada probeta antes de efectuar el ensayo de tracción para las mezclas A y B:

**Tabla 3.4:** Datos de las probetas de la Mezcla A: PLA (20 g)+ 0.5 g Caña Azúcar

N°	Espesor (mm)				Longitud (mm)	Ancho (mm)			
	1	2	3	Promedio		1	2	3	Promedio
1	1.167	1.365	1.517	1.372	60.000	10.010	8.940	10.670	9.870
2	1.421	1.300	1.091	1.254	68.000	10.190	10.180	10.100	10.160
3	1.319	1.237	1.568	1.375	44.030	11.340	11.330	11.370	11.350

**Fuente:** Elaboración propia

**Tabla 3.5:** Datos de las probetas de la Mezcla B: PLA (20 g)+ 1 g Caña Azúcar

N°	Espesor (mm)				Longitud (mm)	Ancho (mm)			
	1	2	3	Promedio		1	2	3	Promedio
1	0.999	1.012	1.032	1.0143	43.84	10.13	10.1	9.98	10.04
2	1.123	1.075	1.09	1.096	59.2	9.78	10.44	9.76	9.993
3	1.062	1.088	1.17	1.107	93	11.02	10.11	10.32	10.483

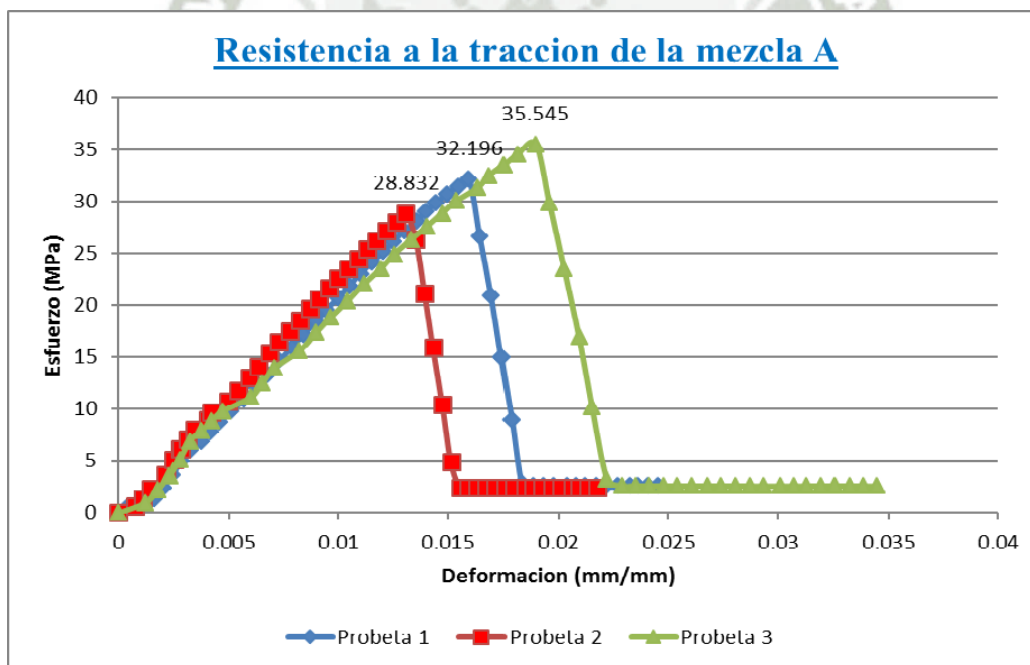
**Fuente:** Elaboración propia

En la tabla 3.6 se muestran los resultados para las mezclas A y B, se puede observar que la resistencia a la tracción se elevó conforme la carga de caña de azúcar sea mayor.

**Tabla 3.6:** Resultados PLA con bagazo de Caña de azúcar para las mezclas A y B

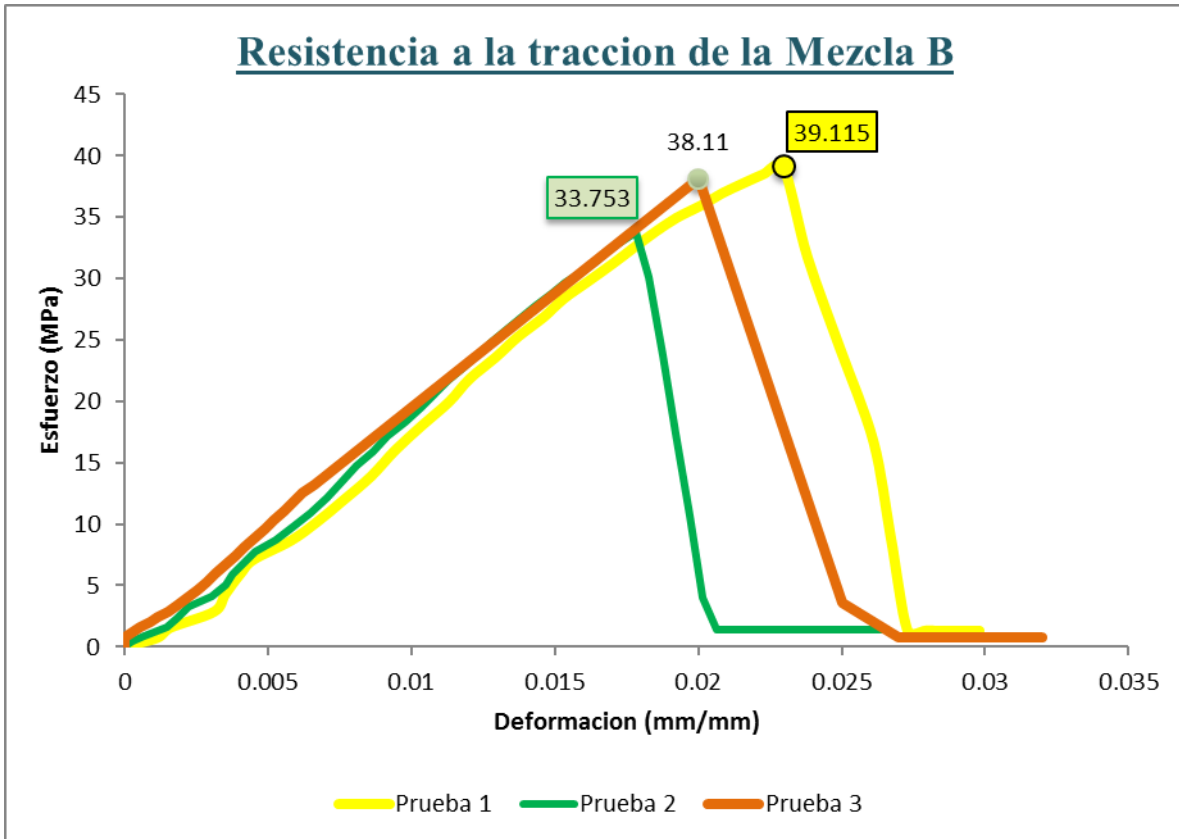
Mezcla	N°	Carga de caña	Carga Máxima	Resistencia a la tracción	Longitud Inicial	Longitud Final	% de Deformación
		(g)	(N)	(MPa)	(mm)	(mm)	
A	1	0.50	436.00	32.20	60.00	60.08	0.13
	2		367.21	28.83	68.00	68.80	1.18
	3		554.71	35.55	44.03	44.06	0.07
	Prom		452.64	32.19	57.34	57.65	0.46
B	1	1.00	398.34	39.12	43.84	44.83	2.26
	2		369.66	33.75	59.20	60.53	2.25
	3		442.25	38.11	93.00	94.70	1.83
	Prom		384.00	36.99	65.35	66.69	2.11

Fuente: Elaboración propia



**Figura 3.2:** Resistencia a la tracción de las probetas de la mezcla A: 20 g de PLA con 0.5 g de bagazo de caña de azúcar.

Fuente: Elaboración propia



**Figura 3.3:** Resistencia a la tracción de las probetas de la mezcla B: 20 g de PLA con 1.0 g de bagazo de caña de azúcar

**Fuente:** Elaboración propia



**Figura 3.4:** Montaje de probetas durante el ensayo de tracción.

### 3.2.2 Resultados de MEZCLA C y D: PLA con corteza de caña de azúcar.

La tabla N° 3.7 y 3.8 muestran las medidas de las probetas de las mezclas C y D respectivamente.

**Tabla 3.7** Datos de las probetas de la Mezcla C: PLA (20 g)+ 0.5 g Corteza de Caña Azúcar

N°	Espesor (mm)				Longitud (mm)	Ancho (mm)			
	1	2	3	Promedio		1	2	3	Promedio
1	0.586	0.587	0.585	0.586	48.75	8.56	8.55	8.57	8.56
2	0.490	0.472	0.464	0.475	60.40	10.78	10.90	10.74	10.81
3	0.474	0.462	0.452	0.463	71.36	9.14	9.62	9.79	9.52

Fuente: Elaboración propia

**Tabla 3.8** Datos de las probetas de la Mezcla D: PLA (20 g)+ 1 g de Corteza Caña Azúcar

N°	Espesor (mm)				Longitud (mm)	Ancho (mm)			
	1	2	3	Promedio		1	2	3	Promedio
1	1.032	1.027	1.038	1.032	69.84	9.55	9.54	9.87	9.63
2	0.194	0.858	0.773	0.808	61.33	10.36	10.57	10.36	10.43
3	0.839	0.816	0.850	0.835	66.51	8.83	8.81	8.89	8.84

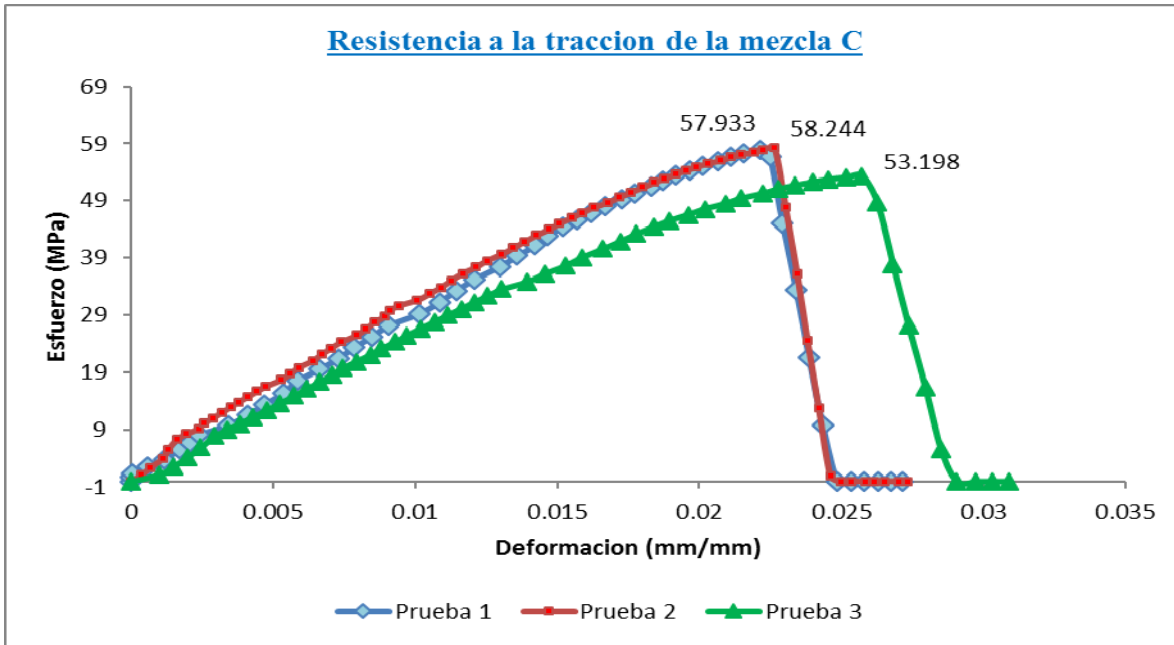
Fuente: Elaboración propia

0

**Tabla 3.9** Resultados PLA con bagazo de Caña de azúcar para las mezclas C y D

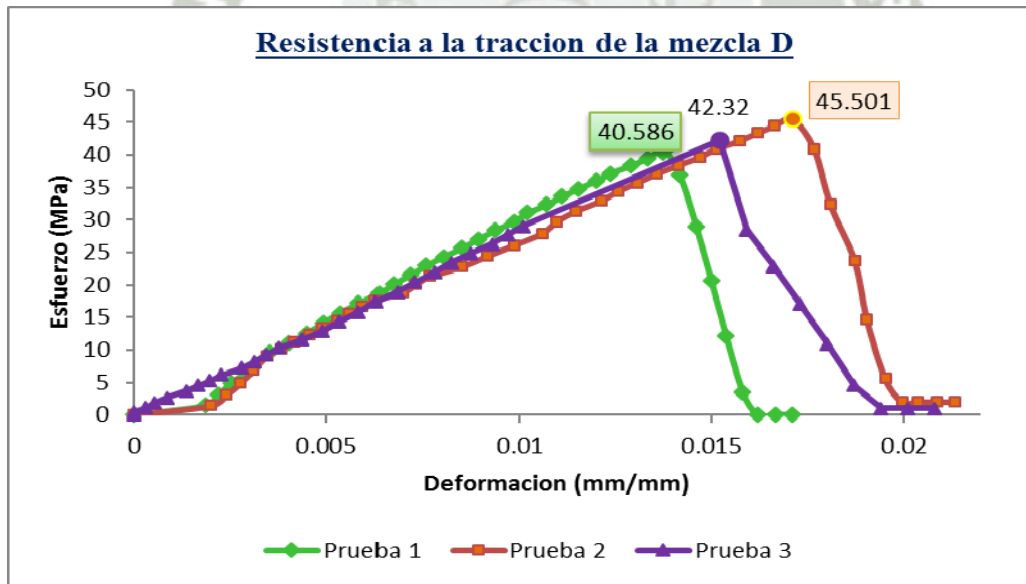
Mezcla	N°	Carga de caña	Carga Máxima	Resistencia a la tracción	Longitud Inicial	Longitud Final	% de Deformación
		(g)	(N)	(MPa)	(mm)	(mm)	
C	1	0.50	297.49	57.93	48.75	49.13	0.78
	2		256.74	58.24	60.40	60.87	0.78
	3		266.84	53.20	71.36	71.88	0.73
	Prom		273.69	56.46	60.17	60.63	0.76
D	1	1.00	403.35	40.59	69.84	70.49	0.93
	2		383.44	45.50	61.33	61.84	0.83
	3		312.38	42.32	66.51	66.95	0.66
	Prom		393.39	42.80	65.89	66.43	0.81

Fuente: Elaboración propia



**Figura 3.5:** Resistencia a la tracción de las probetas de la mezcla C: 20 g de PLA con 0.5 g de Corteza de caña de azúcar.

**Fuente:** Elaboración propia



**Figura 3.6:** Resistencia a la tracción de las probetas de la mezcla D: 20 g de PLA con 1.0 g de Corteza de caña de azúcar

**Fuente:** Elaboración propia

### 3.2.3 Resultados de MEZCLA E y F: PLA con Meollo de caña de azúcar.

La tabla 3.10 y 3.11 muestran las medidas de las probetas de las mezclas E y F respectivamente.

**Tabla 3.10** Datos de las probetas de la Mezcla E: PLA (20 g)+ 0.5 g Meollo Caña Azúcar

N°	Espesor (mm)				Longitud (mm)	Ancho (mm)			
	1	2	3	Promedio		1	2	3	Promedio
1	0.932	0.847	0.825	0.868	58.30	10.23	10.21	10.22	10.22
2	0.885	0.804	0.743	0.811	78.85	9.28	9.14	9.20	9.21
3	0.925	0.738	0.755	0.806	71.22	8.10	7.93	7.77	7.33

Fuente: Elaboración propia

**Tabla 3.11** Datos de las probetas de la Mezcla F: PLA (20 g)+ 1 g de meollo Caña Azúcar

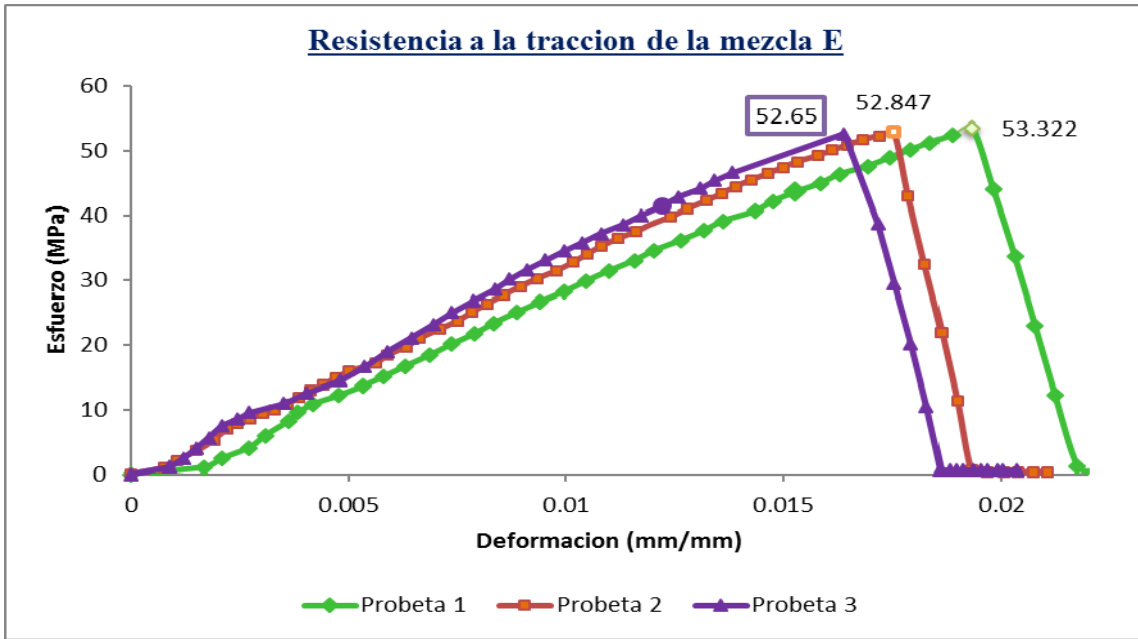
N°	Espesor (mm)				Longitud (mm)	Ancho (mm)			
	1	2	3	Promedio		1	2	3	Promedio
1	1.204	1.222	1.198	1.208	65.22	9.98	9.79	9.80	9.86
2	1.206	1.085	1.097	1.129	65.54	8.35	8.40	8.54	8.43
3	1.408	1.410	1.381	1.399	70.15	9.61	9.56	9.70	9.62

Fuente: Elaboración propia

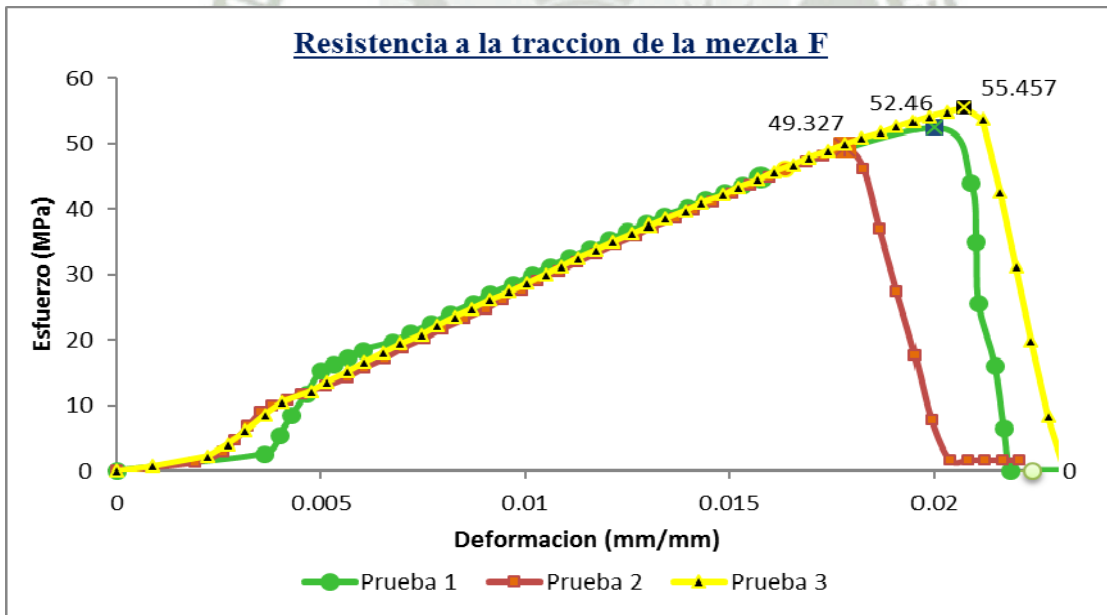
**Tabla 3.12** Resultados PLA con bagazo de Caña de azúcar para las mezclas E y F

Mezcla	N°	Carga de caña	Carga Máxima	Resistencia a la tracción	Longitud Inicial	Longitud Final	% de Deformación
		(g)	(N)	(MPa)	(mm)	(mm)	
E	1.00	0.50	473.02	53.32	58.30	58.77	0.81
	2.00		394.72	52.85	78.85	79.77	1.17
	3.00		393.26	52.65	71.22	71.85	0.88
	Prom		433.87	52.94	69.46	70.13	0.95
F	1.00	1.00	624.84	52.46	65.22	65.59	0.57
	2.00		469.45	49.33	65.54	65.80	0.40
	3.00		746.34	55.46	70.15	70.75	0.86
	Prom		607.89	52.41	66.97	67.38	0.61

Fuente: Elaboración propia



**Figura 3.7:** Resistencia a la tracción de las probetas de la mezcla E: 20 g de PLA con 0.5 g de Meollo de caña de azúcar  
**Fuente:** Elaboración propia



**Figura 3.8:** Resistencia a la tracción de las probetas de la mezcla F: 20 g de PLA con 1.0 g de Meollo de caña de azúcar  
**Fuente:** Elaboración propia

Realizando una comparación entre los promedios de resistencia a la tracción de PLA puro, con PLA con 0.5 gr de las diferentes cargas (bagazo, corteza y meollo) y PLA con 1 gr de bagazo, corteza y meollo podemos indicar que al aumentar la carga hay una disminución de la resistencia a la tracción, pero estos valores no son inferiores al promedio de los polímeros convencionales más utilizados (Ver tabla 3.14).

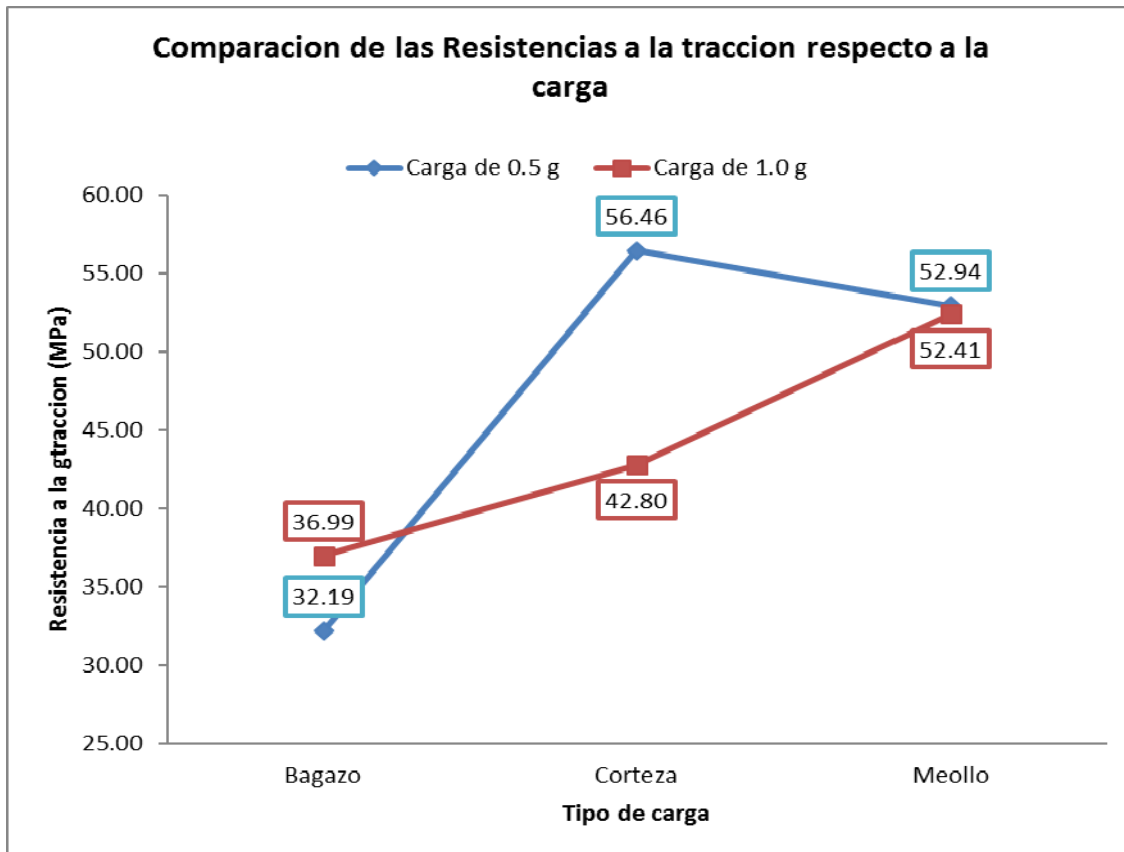
**Tabla 3.13** Resumen de los promedios de las resistencias a la tracción obtenidas para las diferentes mezclas

Mezcla	Carga de caña	Carga Máxima	Resistencia a la tracción	Longitud Inicial	Longitud Final	% de Deformación
	(g)	(N)	(MPa)	(mm)	(mm)	
Bagazo	0.50	452.64	32.19	57.34	57.65	0.46
Corteza		273.69	56.46	60.17	60.63	0.76
Meollo		433.87	52.94	69.46	70.13	0.95
Bagazo	1.00	384.00	36.99	65.35	66.69	2.11
Corteza		393.39	42.80	65.89	66.43	0.81
Meollo		607.89	52.41	66.97	67.38	0.61

Fuente: Elaboración propia

**Comentario:** La tabla 3.13 expresa el resumen de los resultados obtenido del ensayo de tracción donde podemos indicar que con una carga de 0.5 g, el refuerzo de bagazo tiene solo 32.19 MPa este resultado es inferior con respecto al dato de la corteza que fue de 56.46 MPa y el meollo solo presentó una resistencia de 52.94 MPa. Con respecto a una carga de 1 g el meollo presentó una mejor resistencia con un dato de 52.41 MPa. El comportamiento de cada componente de la caña de azúcar genera un resultado de resistencia muy diferente, el meollo fue el que tiene mejores propiedades con respecto a los otros componentes de la caña de azúcar.

Los porcentajes de deformación no han presentado variación significativa. Solo el bagazo como carda 1g presento una deformación de 2.11%.



**Figura 3.9:** Comparación de las Resistencias a la tracción respecto a la carga

**Fuente:** Elaboración propia

**Tabla 3.14:** Características Polímeros más usados

Propiedad	Unidad	Polivinilcloruro	Polietileno	Textolita
Densidad	Mg/m <sup>3</sup>	1.38 – 1.4	0.92-0.96	1.3 – 1.45
<b>Resistencia a la Rotura</b>				
❖ Flexión	MPa	80 -120	17 - 60	160
❖ Tracción	MPa	40 - 60	13 - 40	1000
Módulo de elasticidad	MPa	300 - 400	200 - 800	8000
Estabilidad Térmica	°C	65	60 - 70	120 – 130
Conductividad Térmica	W/m°C	0.16	0.2 0.4	0.28
Resiliencia	J/m <sup>2</sup>	12 *10 <sup>4</sup>	-	(25 – 35)10 <sup>3</sup>

**Fuente:** Propiedades básicas de los polímeros, Eleno Alfonso Brindis

**Tabla 3.15** Resistencia a la tracción polímeros

Material	Resistencia a la tracción (MPa)	Material	Resistencia a la tracción (MPa)
PE-UHMW	17	PC	65
PE-HD	22	PSU	70
PS-HI	26	PMMA	70
PP	33	PA 6.6	80
ABS	41	PET	81
PA 6	45	PEI	105
PVDF	50	PP-30 GF	57
PVC-U	55	POM	63
PPE	55	PVC-C	57

Fuente: Propiedades básicas de los polímeros, Eleno Alfonso Brindis

### 3.3. Resultados de Prueba de flexión

A continuación se muestran las probetas ensayadas:



**Figura 3.10:** Probetas prueba flexión



**Figura 3.11** Pruebas Flexión

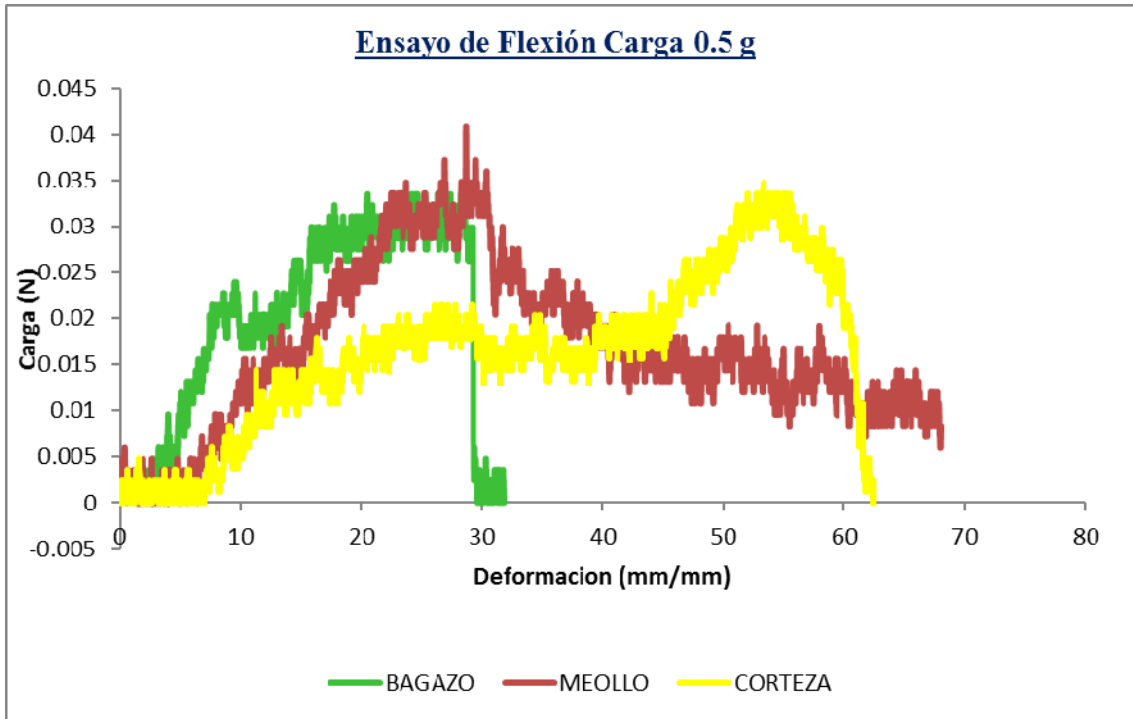
En la tabla 3.16 se muestran los resultados de flexión:

**Tabla 3.16** Resultados Flexión

Mezcla	Tipo de carga	Gramos de carga	Espesor	Carga Máxima	Tensión en la superficie exterior en la mitad del tramo
		(g)	(mm)	(N)	(MPa)
A	Bagazo	0.5	3.95	33.6	12.42
B	Bagazo	1.0	3.72	24.0	10.01
C	Corteza	0.5	3.85	34.8	13.54
D	Corteza	1.0	4.69	69.6	18.25
E	Meollo	0.5	3.7	40.8	17.19
F	Meollo	1.0	3.91	37.2	14.04
*	PLA Puro	0.0	4.995	54.0	12.49

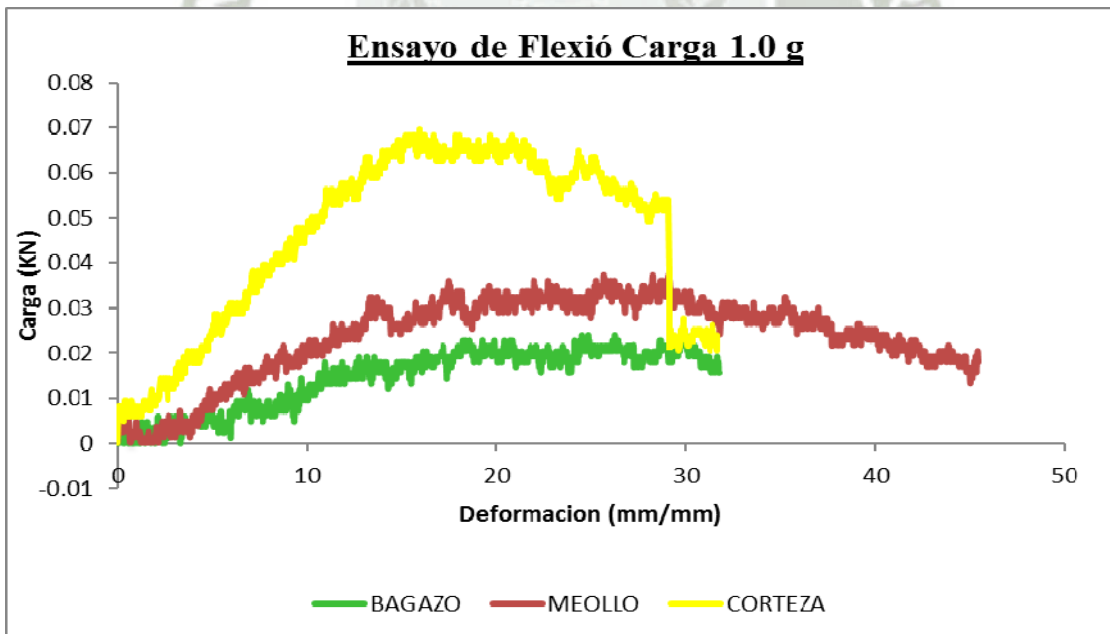
\* **Obtención** y caracterización mecánica de compósitos con matriz de biopolímero termoplástico de PLA. Espezúa E., Ponce E. 2014

**Fuente:** Elaboración propia



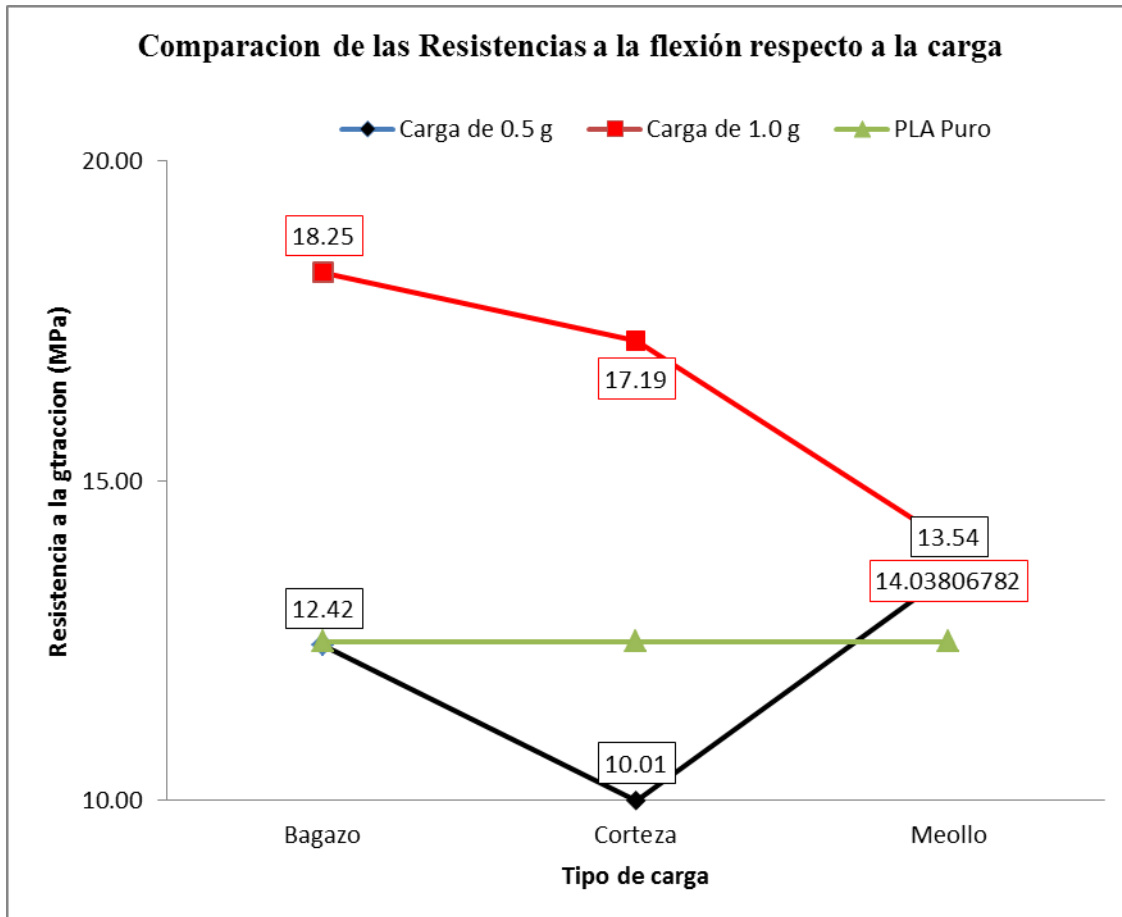
**Figura 3.12** Ensayo de Flexión de la carga de 0.5 g

Fuente: Elaboración propia



**Figura 3.13** Ensayo de Flexión de la carga de 1.0 g

Fuente: Elaboración propia



**Figura 3.14:** Comparación de las Resistencias a la flexión respecto a la carga

**Fuente:** Elaboración propia

**Comentario:** En la gráfica se puede evidenciar que la mezcla de PLA con bagazo de la caña de azúcar presenta una mayor resistencia a la flexión.

Al aumentar el % de carga en cada componente de la caña de azúcar la resistencia a la flexión aumenta, sólo la mezcla de PLA con meollo al incrementarse la carga no presenta variación alguna en la resistencia a la flexión.

### 3.4. Resultados de Prueba de Dureza

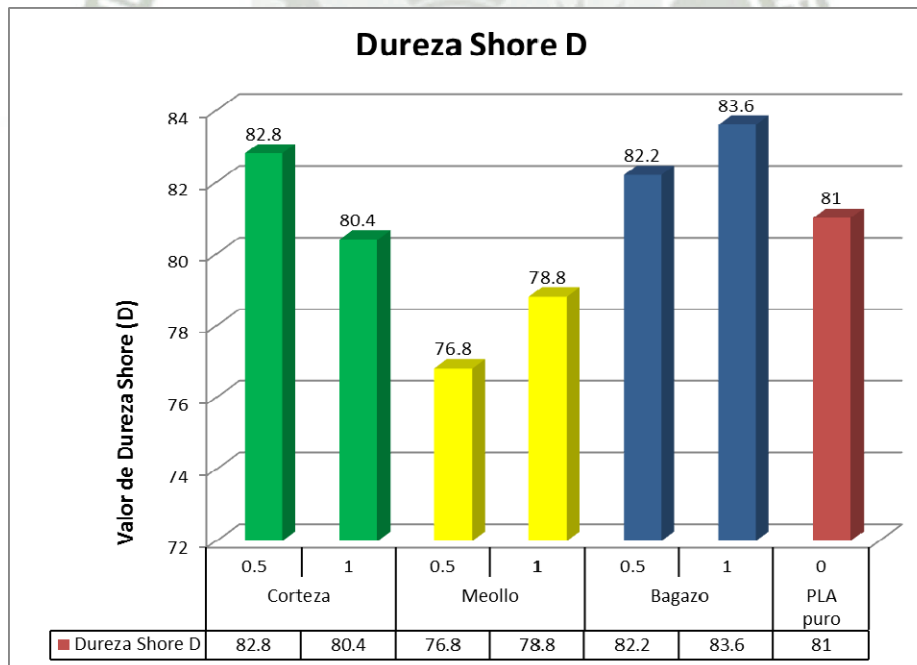
El Ensayo de dureza fue realizado con el equipo Shore D y los resultados se muestran en la tabla 3.17.

**Tabla 3.17** Resultados pruebas dureza

Tipo de probeta	Gramos de refuerzo	Dureza Shore D					PROMEDIO
		1	2	3	4	5	
Corteza	0.5	83	84	83	82	82	<b>82.8</b>
	1	79	83	80	80	80	<b>80.4</b>
Meollo	0.5	80	77	77	75	75	<b>76.8</b>
	1	79	79	78	79	79	<b>78.8</b>
Bagazo	0.5	83	82	85	81	80	<b>82.2</b>
	1	86	84	81	83	84	<b>83.6</b>
PLA puro*	0						<b>81</b>

\*Fuente: Obtención y caracterización mecánica de compósitos con matriz de biopolímero termoplástico de PLA. Espezúa E., Ponce E. 2014

Fuente: Elaboración propia



**Figura 3.15:** Comparación de las Durezas de las diferentes mezclas

Fuente: Elaboración propia

**Comentario:** La dureza SHORE D del PLA puro fue de 81, mientras las mezclas con meollo y bagazo aumentan a medida que aumenta la carga, en cambio la mezcla con corteza la dureza disminuye a medida que aumenta la carga.

### 3.5 Resultados del índice de fluidez

Condiciones de ensayo utilizadas:

- Carga total utilizada (g) 7160
- Temperatura (°C) 158
- Tiempo de corte (s) 90

**Tabla N° 3.18:** Resultado de los pesos (g) obtenidos en el plastometro a 158 °C con 90 segundos de corte.

MEZCLA	PLA	A	B	C	D	E	F
N°	puro	PLA con 0.5 Bagazo	PLA con 1.0 Bagazo	PLA con 0.5 corteza	PLA con 1.0 corteza	PLA con 0.5 Meollo	PLA con 1.0 Meollo
1	0.45	0.30	0.30	0.36	0.27	0.44	0.29
2	0.43	0.29	0.28	0.40	0.30	0.46	0.29
3	0.40	0.31	0.33	0.34	0.33	0.41	0.31
4	0.43	0.28	0.35	0.40	0.34	0.44	0.35
5	0.43	0.33	0.38	0.44	0.37	0.39	0.46
6	0.40	0.36	0.40	0.36	0.39	0.43	0.40
7	0.46	0.41	0.43	0.45	0.43	0.40	0.32
8	0.45	0.47	0.46	0.49	0.46	0.46	0.44
9	0.45	0.50	0.52	0.52	0.55	0.46	0.48
10	0.40	0.53	0.47	0.46	0.49	0.42	0.46
<b>PROMEDIO</b>	<b>0.43</b>	<b>0.38</b>	<b>0.39</b>	<b>0.42</b>	<b>0.39</b>	<b>0.43</b>	<b>0.38</b>

Fuente: Elaboración propia

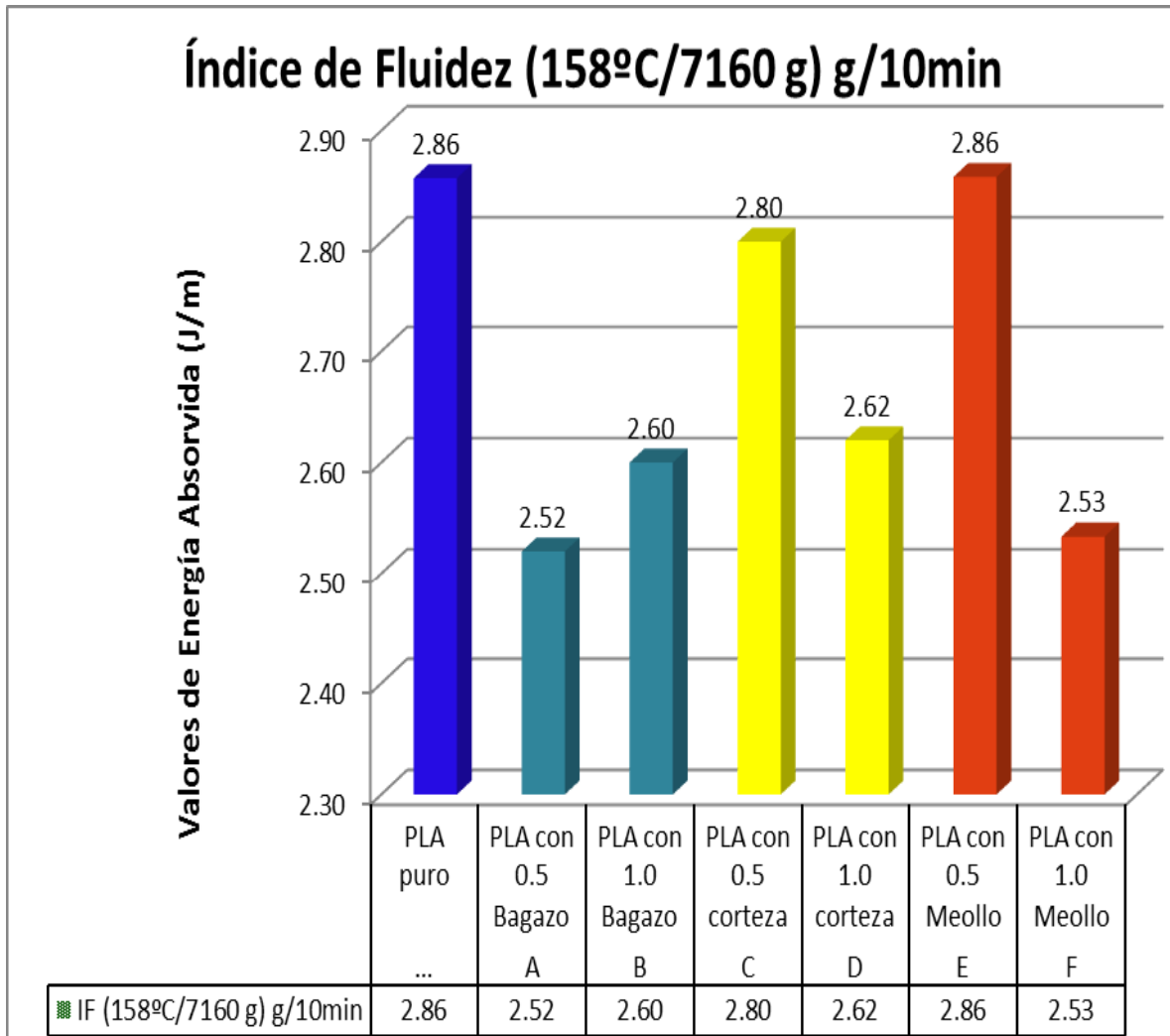


**Figura 3.16:** Salida de las muestras del plastometro

**Tabla 3.19:** Resultados del Índice de fluidez

	MEZCLA	Resultado Plastometro	IF (158°C/7160 g) g/10min
...	PLA puro	0.43	2.86
A	PLA con 0.5 Bagazo	0.38	2.52
B	PLA con 1.0 Bagazo	0.39	2.60
C	PLA con 0.5 corteza	0.42	2.80
D	PLA con 1.0 corteza	0.39	2.62
E	PLA con 0.5 Meollo	0.43	2.86
F	PLA con 1.0 Meollo	0.38	2.53

**Fuente:** Elaboración propia



**Figura 3.17:** Comparación Índice de fluidez de todas las mezclas y PLA puro

**Fuente:** Elaboración propia

**Comentario:**

En la gráfica se puede observar que el índice de fluidez del PLA puro es de 2.86, para las dos cargas de 0.5 y 1.0 g de la mezcla de Bagazo el índice de fluidez baja siendo los valores 2.52 y 2.60 respectivamente, en cambio para las mezclas de corteza y meollo se observa la tendencia que a menor carga (0.5 g) el índice de fluidez es cercano al PLA puro y a mayor carga el índice de fluidez disminuye.

### 3.6 Resultados del ensayo de Impacto Charpy

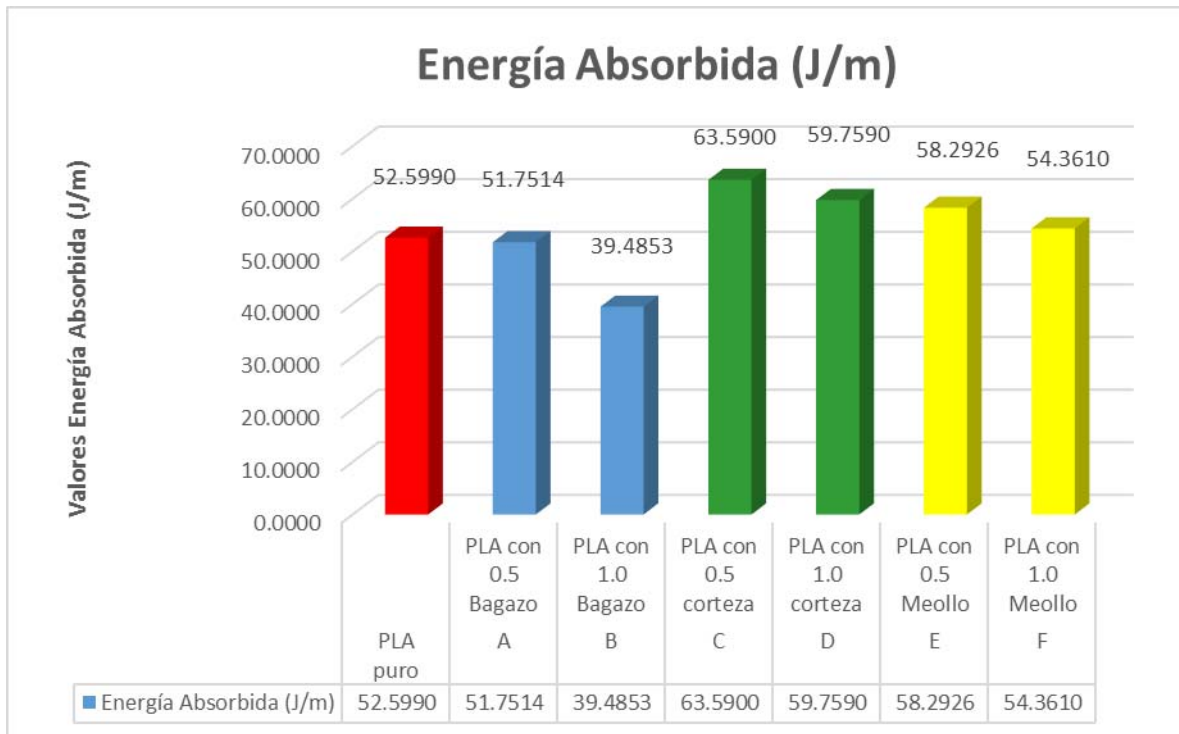
Condiciones de Ensayo para todas las probetas:

- Velocidad del mazo: 3.5 m/s
- Energía del mazo: 1 J
- Espesor de la probeta: 2.33 mm
- Ancho de la Probeta: 2.33 mm
- Pérdidas por Fricción: 0.63 J
- Angulo: 150 °

**Tabla 3.20** Resultados del ensayo de charpy.

MEZCLA	Energía Absorbida (J/m)						
		A	B	C	D	E	F
Nº	PLA puro	PLA con 0.5 Bagazo	PLA con 1.0 Bagazo	PLA con 0.5 corteza	PLA con 1.0 corteza	PLA con 0.5 Meollo	PLA con 1.0 Meollo
1	9.8623	11.4029	12.5649	13.7619	11.2152	9.3353	10.7271
2	5.4436	13.2385	14.0908	10.0128	9.6741	8.3553	12.0405
3	5.2920	13.7619	15.2542	11.7030	12.9018	13.4255	11.5530
4	11.5530	11.4029	14.2474	10.3889	12.0405	8.6947	10.3889
5	9.6741	12.3777	14.5832	11.0651	9.8623	8.3553	11.7030
6	5.7847	14.0980	14.9188	11.5530	11.0651	10.7271	13.2385
7	7.1469	16.2593	11.2152			13.5749	11.2152
<b>PROMEDIO</b>	<b>7.8224</b>	<b>13.2202</b>	<b>13.8392</b>	<b>11.4141</b>	<b>11.1265</b>	<b>10.3526</b>	<b>11.5523</b>

Fuente: Elaboración propia

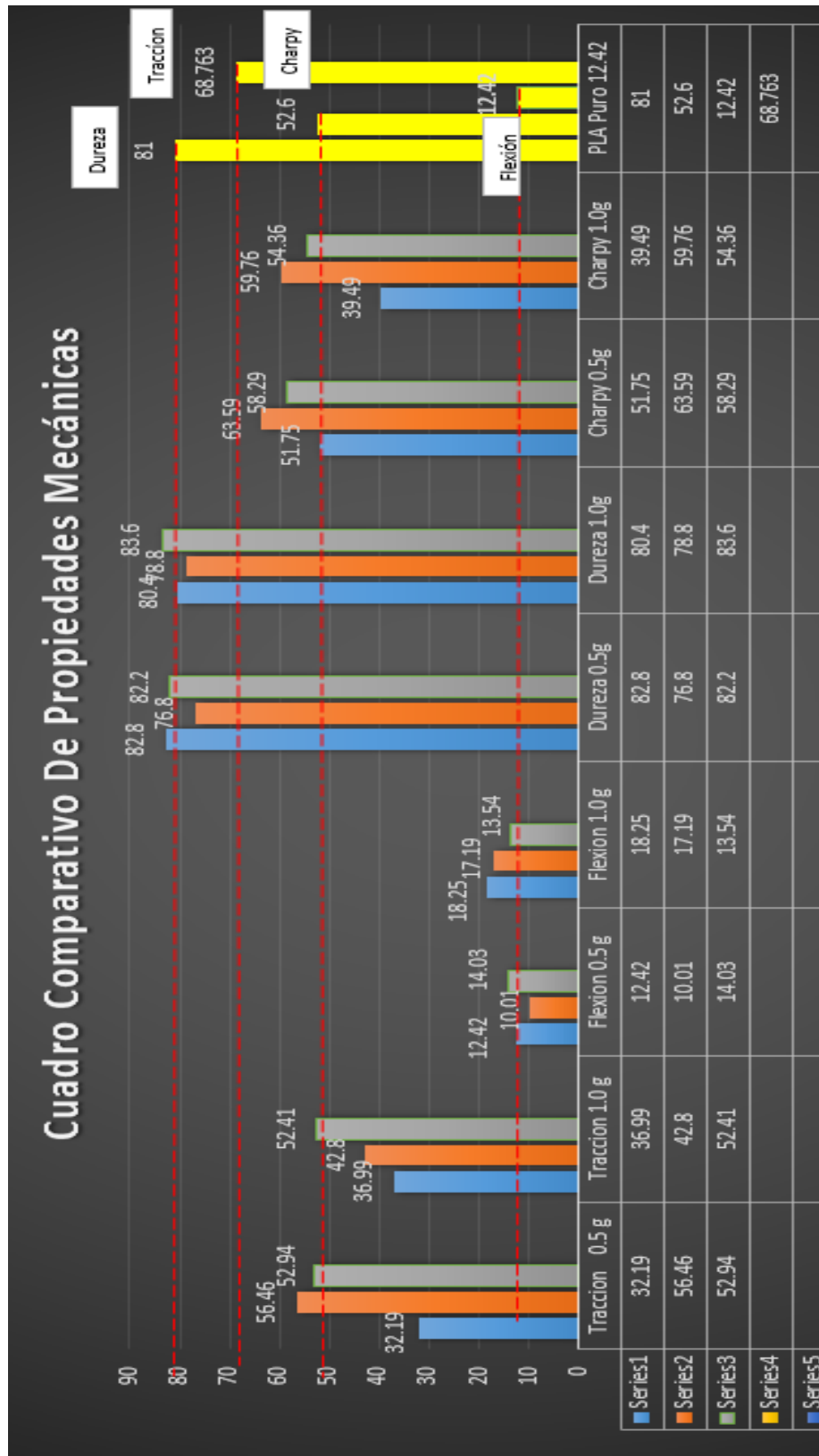


**Figura 3.18:** Comparación de los resultados del ensayo de Charpy de todas las mezclas y PLA puro.

**Fuente:** Elaboración propia

**Comentario:**

La resistencia al impacto del PLA puro fue de 7.82 J/m. Los diferentes compuestos de PLA presentaron una energía de impacto superior a la del polímero original.



**Fuente:** Elaboración propia

## CONCLUSIONES

1. La evaluación de las propiedades mecánicas del material compuesto de PLA con los diferentes componentes de la caña de azúcar presentó propiedades mecánicas variadas.
2. En el análisis granulométrico de los porcentajes de material pasante del meollo y la corteza se encuentran en una misma relación de material retenido en las mallas.
3. La resistencia a la tracción de cada componente de la caña de azúcar presentó diferentes comportamientos, con una carga de 0.5g la corteza presentó la máxima resistencia con un valor de 56.46 MPa, mientras el bagazo fue de solo 32.19 MPa. Al incrementarse la carga a 1 g la resistencia descendió ligeramente y el dato máximo lo registro el meollo con 52.41 MPa. Por lo que podemos concluir que la resistencia tensil de cada componente de la caña de azúcar presenta propiedades diferentes.
4. Las propiedades mecánicas del compuesto de PLA con caña de azúcar son muy aceptables en comparación a los polímeros termoplásticos convencionales.
5. La energía de los materiales compuestos se incrementa conforme aumenta las cargas de caña de azúcar.
6. El índice de fluidez decrece conforme se va incrementando las cargas de caña de azúcar.
7. La dureza presentada en los materiales compuestos vario en cada mezcla, el mayor valor calculado fue de 83 mientras que el PLA puro solo presento 81, con lo cual podemos indicar que la dureza se elevó al utilizar carga de caña de azúcar.

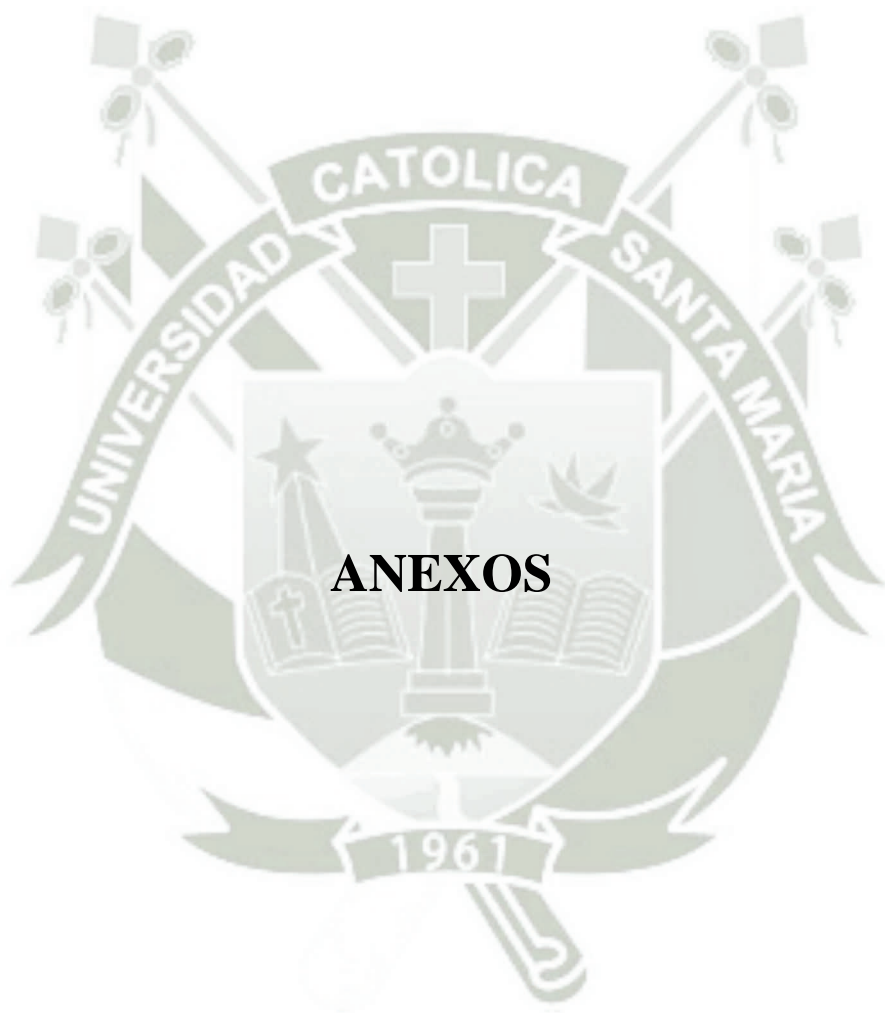
## RECOMENDACIONES

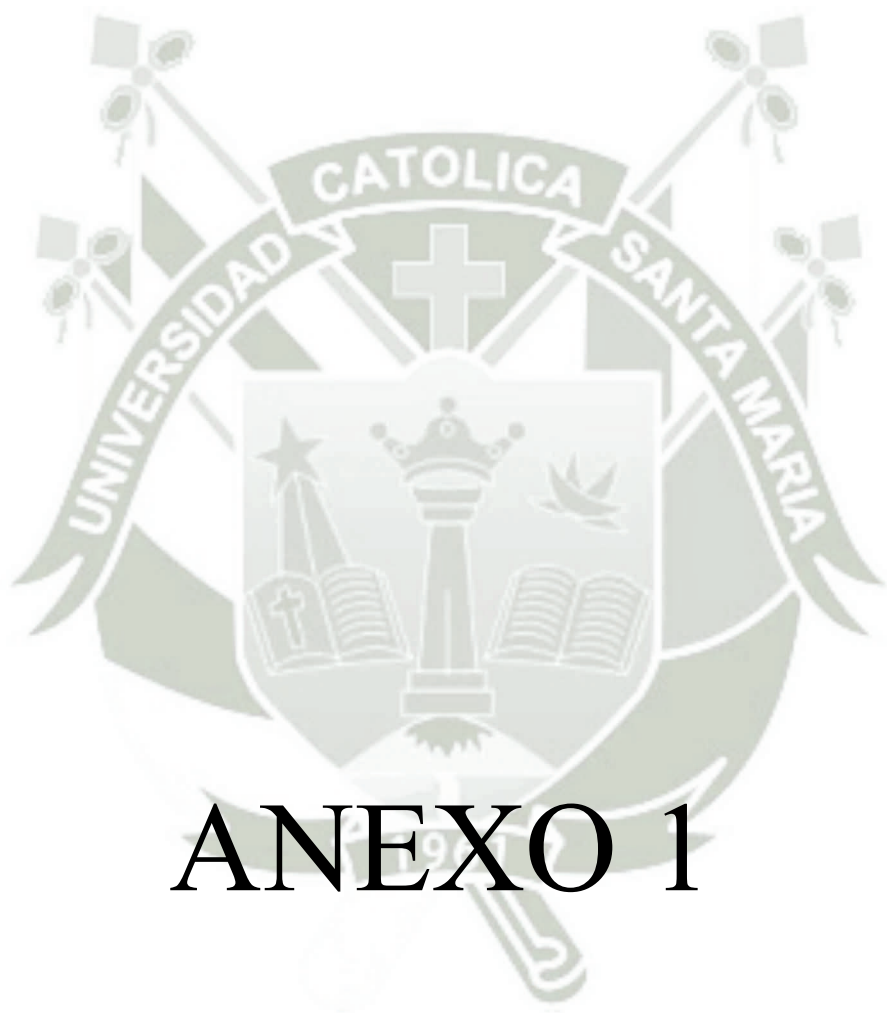
1. Dentro de la línea de investigación que se ha trabajado, se sugiere que para futuras investigaciones se evalúe la utilización de algún aditivo con el cual se pueda mejorar la capacidad de adherencia entre la matriz y el refuerzo.
2. Para futuras investigaciones se debe de tener en cuenta que los diferentes ensayos demandan controlar la temperatura del ambiente de trabajo para lo cual se sugiere implementar con aire acondicionado el laboratorio de manera que se pueda hacer bajar la temperatura si fuera necesario.
3. Se recomienda usar una inyectora con molde en los futuros ensayos de fluidez, para poder realizar una comparación entre el plastometro con sus probetas extruidas y con probetas fabricadas.
4. Se recomienda el uso de aditivos para mejorar las propiedades mecánicas de los distintos refuerzos empleados con PLA.

## REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- “An Introduction to Plastics”, Hans-George Elias, VCH, Weinheim, 1993. “Polymer Processing”, Morton-Jones, D.H., Chapman & Hall, Londres,1991.
- “Understanding Polymer Morphology”, Arthur E. Woodward, Hanser Publishers, Munich,1995.
- “Ciencia y Tecnología de los Materiales Plásticos” Revista de plásticos modernos, CSIC, Volumen I y II, Madrid, 1990.
- “Handbook of Plastics Testing Technology”, Vishu Shah, John Wiley & Sons, New York, 1983.
- “Iniciación a la Química de los Plásticos” Gnauk y Fründt, Hanser editorial, Barcelona, 1989.
- "Plastics Engineering", 3rd ed., R. J. Crawford, Butterworth-einemann, Oxford, 1999.
- “Polymers: Structure and Properties” C.A. Daniels, Technomic Publishing CO., Lancaster, 1989.
- URIBE M., Los Polímeros. Síntesis, caracterización, degradación y reología, Cuarta Edición, Instituto Politécnico Nacional, 2007, p. 1-377.

- "An Introduction to Rheology", Barnes H.A., Hutton, J.F., Walters K., Elsevier, Amsterdam, 1989.
- TUOMINEN J., Chain linked Lactic Acid Polymers: polymerization and biodegradation studies, Polymer Technology Publication Series No. 23, 2003, p. 8-12.
- ROBY, M.S; Proceedings of Biopolymers-Advances in Medical and Material Science Applications, Cambridge, MA, USA, 2001.
- SERNA L., RODRÍGUEZ A., ALBÁN F., Ácido Poliláctico (PLA): Propiedades y Aplicaciones, Ingeniería y Competitividad Vol. 5, 2003, p. 16-26.
- SHEN L., WORRELL E., PATEL M., Open-loop recycling: A LCA case study of PET bottle-to-fibre recycling, resources, Conservation and Recycling 55, 2010, p. 34-52.
- SIRACUSA V., ROCCULI P., DALLA M., Biodegradable polymers for food packaging: a review, Trends in Food Science & Technology 19, 2008, p. 634-643.
- PICKERING, KIM; Properties and performance of natural-fibre composites; Woodhead Publishing Limited; Cambridge- England; 2008.





# ANEXO 1

Designation: D 882 – 02

## Standard Test Method for Tensile Properties of Thin Plastic Sheeting<sup>1</sup>

This standard is issued under the fixed designation D 882; the number immediately following the designation indicates the year of original adoption or, in the case of revision, the year of last revision. A number in parentheses indicates the year of last reapproval. A superscript epsilon ( $\epsilon$ ) indicates an editorial change since the last revision or reapproval.

*These test methods have been approved for use by agencies of the Department of Defense to replace Method 1013 of Federal Test Method Standard 406.*

### 1. Scope \*

1.1 This test method covers the determination of tensile properties of plastics in the form of thin sheeting, including film (less than 1.0 mm (0.04 in.) in thickness).

NOTE 1—Film has been arbitrarily defined as sheeting having nominal thickness not greater than 0.25 mm (0.010 in.).

NOTE 2—Tensile properties of plastics 1.0 mm (0.04 in.) or greater in thickness shall be determined according to Test Method D 638.

1.2 This test method may be used to test all plastics within the thickness range described and the capacity of the machine employed.

1.2.1 *Static Weighing, Constant-Rate-of-Grip Separation Test*—This test method employs a constant rate of separation of the grips holding the ends of the test specimen.

1.3 Specimen extension may be measured in these test methods by grip separation, extension indicators, or displacement of gage marks.

1.4 A procedure for determining the tensile modulus of elasticity is included at one strain rate.

NOTE 3—The modulus determination is generally based on the use of grip separation as a measure of extension; however, the desirability of

using extensometers, as described in 5.2, is recognized and provision for the use of such instrumentation is incorporated in the procedure.

1.5 Test data obtained by this test method is relevant and appropriate for use in engineering design.

1.6 The values stated in SI units are to be regarded as the standard. The values in parentheses are provided for information only.

1.7 *This standard does not purport to address all of the safety concerns, if any, associated with its use. It is the responsibility of the user of this standard to establish appropriate safety and health practices and determine the applicability of regulatory limitations prior to use.*

NOTE 4—This test method is similar to ISO 527-3, but is not considered

<sup>1</sup> These test methods are under the jurisdiction of ASTM Committee D20 on Plastics and are the direct responsibility of Subcommittee D20.10 on Mechanical Properties.

Current edition approved April 10, 2002. Published June 2002. Originally published as D 882 – 46 T. Last previous edition D 882 – 01.

### 3. Terminology

3.1 *Definitions*—Definitions of terms and symbols relating to tension testing of plastics appear in the Annex to Test Method D 638.

3.1.1 *line grips*—grips having faces designed to concentrate the entire gripping force along a single line perpendicular to the direction of testing stress. This is usually done by combining one standard flat face and an opposing face from which protrudes a half-round.

3.1.2 *tear failure*—a tensile failure characterized by fracture initiating at one edge of the specimen and progressing across the specimen at a rate slow enough to produce an anomalous load-deformation curve.

## 2. Referenced Documents

### 2.1 ASTM Standards:

D 618 Practice for Conditioning Plastics for Testing<sup>2</sup>

D 638 Test Method for Tensile Properties of Plastics<sup>2</sup>

D 4000 Classification System for Specifying Plastic Materials<sup>3</sup>

D 5947 Test Methods for Physical Dimensions of Solid Plastic Specimens<sup>4</sup>

D 6287 Practice for Cutting Film and Sheeting Test Specimens<sup>4</sup>

E 4 Practices for Force Verification of Testing Machines<sup>5</sup>

E 691 Practice for Conducting an Interlaboratory Study to Determine the Precision of a Test Method<sup>6</sup>

### 2.2 ISO Standard:

ISO 527-3 Plastics—Determination of Tensile Properties—Part 3: Test Conditions for Films and Sheets<sup>7</sup>

<sup>2</sup> *Annual Book of ASTM Standards*, Vol 08.01.

<sup>3</sup> *Annual Book of ASTM Standards*, Vol 08.02.

<sup>4</sup> *Annual Book of ASTM Standards*, Vol 08.03.

<sup>5</sup> *Annual Book of ASTM Standards*, Vol 03.01.

<sup>6</sup> *Annual Book of ASTM Standards*, Vol 14.02.

<sup>7</sup> Available from American National Standards Institute, 25 W. 43rd St., 4th Floor, New York, NY 10036.

**\*A Summary of Changes section appears at the end of this standard.**

#### 4. Significance and Use

4.1 Tensile properties determined by this test method are of value for the identification and characterization of materials for control and specification purposes. Tensile properties may vary with specimen thickness, method of preparation, speed of testing, type of grips used, and manner of measuring extension. Consequently, where precise comparative results are desired, these factors must be carefully controlled. This test method shall be used for referee purposes, unless otherwise indicated in particular material specifications. For many materials, there may be a specification that requires the use of this test method, but with some procedural modifications that take precedence when adhering to the specification. Therefore, it is advisable to refer to that material specification before using this test method. Table 1 in Classification D 4000 lists the ASTM materials standards that currently exist.

4.2 Tensile properties may be utilized to provide data for research and development and engineering design as well as quality control and specification. However, data from such tests cannot be considered significant for applications differing widely from the load-time scale of the test employed.

4.3 The tensile modulus of elasticity is an index of the stiffness of thin plastic sheeting. The reproducibility of test results is good when precise control is maintained over all test conditions. When different materials are being compared for stiffness, specimens of identical dimensions must be employed.

4.4 The tensile energy to break (TEB) is the total energy absorbed per unit volume of the specimen up to the point of rupture. In some texts this property has been referred to as *toughness*. It is used to evaluate materials that may be subjected to heavy abuse or that might stall web transport equipment in the event of a machine malfunction in end-use applications. However, the rate of strain, specimen parameters, and especially flaws may cause large variations in the results. In that sense, caution is advised in utilizing TEB test results for end-use design applications.

4.5 Materials that fail by tearing give anomalous data which cannot be compared with those from normal failure.

#### 5. Apparatus

5.1 *Testing Machine*—A testing machine of the constant rate-of-crosshead-movement type and comprising essentially the following:

5.1.1 *Fixed Member*—A fixed or essentially stationary member carrying one grip.

5.1.2 *Movable Member*—A movable member carrying a second grip.

5.1.3 *Grips*—A set of grips for holding the test specimen between the fixed member and the movable member of the testing machine; grips can be either the fixed or self-aligning type. In either case, the gripping system must minimize both slippage and uneven stress distribution.

5.1.3.1 Fixed grips are rigidly attached to the fixed and movable members of the testing machine. When this type of grip is used, care must be taken to ensure that the test specimen is inserted and clamped so that the long axis of the test specimen coincides with the direction of pull through the center line of the grip assembly.

5.1.3.2 Self-aligning grips are attached to the fixed and movable members of the testing machine in such a manner that they will move freely into alignment as soon as a load is applied so that the long axis of the test specimen will coincide with the direction of the applied pull through the center line of the grip assembly. The specimens should be aligned as perfectly as possible with the direction of pull so that no rotary motion that may induce slippage will occur in the grips; there is a limit to the amount of misalignment self-aligning grips will accommodate.

5.1.3.3 The test specimen shall be held in such a way that slippage relative to the grips is prevented insofar as possible. Grips lined with thin rubber, crocus-cloth, or pressure-sensitive tape as well as file-faced or serrated grips have been successfully used for many materials. The choice of grip surface will depend on the material tested, thickness, etc. Line grips padded on the round face with 1.0 mm (40 mil) blotting paper or filter paper have been found superior. Air-actuated grips have been found advantageous, particularly in the case of materials that tend to “neck” into the grips, since pressure is maintained at all times. In cases where samples frequently fail at the edge of the grips, it may be advantageous to increase slightly the radius of curvature of the edges where the grips come in contact with the test area of the specimen.

5.1.4 *Drive Mechanism*—A drive mechanism for imparting to the movable member a uniform, controlled velocity with respect to the stationary member. The velocity shall be regulated as specified in Section 9.

5.1.5 *Load Indicator*—A suitable load-indicating mechanism capable of showing the total tensile load carried by the test specimen held by the grips. This mechanism shall be essentially free of inertial lag at the specified rate of testing (see Note 5). Unless a suitable extensometer is used (see 5.2), the motion of the weighing system shall not exceed 2 % of the specimen extension within the range being measured. The load indicator shall determine the tensile load applied to the specimen with an accuracy of  $\pm 1$  % of the indicated value, or better. The accuracy of the testing machine shall be verified in accordance with Practices E 4.

5.1.6 *Crosshead Extension Indicator*— A suitable extension-indicating mechanism capable of showing the amount of change in the separation of the grips, that is, crosshead movement. This mechanism shall be essentially free of inertial lag at the specified rate of testing (see Note 5) and shall indicate the crosshead movement with an accuracy of

$\pm 1$  % of the indicated value, or better.

5.2 *Extensometer (Optional)*—A suitable instrument may, if desired, be used for determining the distance between two designated points on the test specimen as the specimen is stretched. This apparatus, if employed, shall be so designed as to minimize stress on the specimen at the contact points of the specimen and the instrument (see 8.3). It is desirable that this instrument automatically record the distance, or any change in it, as a function of the load on the test specimen or of the elapsed time from the start of the test, or both. If only the latter is obtained, load-time data must also be taken. This instrument must be essentially free of inertial lag at the specified speed of testing (see Note 5).

5.2.1 *Modulus of Elasticity and Low-Extension Measurements*—Extensometers used for modulus of elasticity and low-extension (less than 20 % elongation) measurements shall, at a minimum, be accurate to  $\pm 1$  % and comply with the requirements set forth in Practice E 83 for a Class C instrument.

5.2.2 *High-Extension Measurements*—Instrumentation and measuring techniques used for high-extension (20 % elongation or greater) measurements shall be accurate to  $\pm 10$  % of the indicated value, or better.

NOTE 5—A sufficiently high response speed in the indicating and recording system for the load and extension data is essential. The response speed required of the system will depend in part on the material tested (high or low elongation) and the rate of straining.

5.3 *Thickness Gage*—A dead-weight dial micrometer as prescribed in Method C of Test Methods D 5947, or an equivalent measuring device, reading to 0.0025 mm (0.0001 in.) or less.

5.4 *Width-Measuring Devices*—Suitable test scales or other width measuring devices capable of measuring 0.25 mm (0.010 in.) or less.

5.5 *Specimen Cutter*—For the apparatus and techniques for cutting film and sheeting used in this test method, refer to Practice D 6287.

5.5.1 Devices that use razor blades have proven especially suitable for materials having an elongation-at-fracture above 10 to 20 %.

5.5.2 The use of punch press or striking dies are not recommended because poor and inconsistent specimen edges may be produced.

## 6. Test Specimens

6.1 The test specimens shall consist of strips of uniform width and thickness at least 50 mm (2 in.) longer than the grip separation used.

6.2 The nominal width of the specimens shall be not less than 5.0 mm (0.20 in.) or greater than 25.4 mm (1.0 in.).

6.3 A width-thickness ratio of at least eight shall be used. Narrow specimens magnify effects of edge strains or flaws, or both.

6.4 The utmost care shall be exercised in cutting specimens to prevent nicks and tears which are likely to cause premature failures (Note 6). The edges shall be parallel to within 5 % of the width over the length of the specimen between the grips.

NOTE 6—Microscopical examination of specimens may be used to detect flaws due to sample or specimen preparation.

6.5 Wherever possible, the test specimens shall be selected so that thickness is uniform to within 10 % of the thickness over the length of the specimen between the grips in the case of materials 0.25 mm (0.010 in.) or less in thickness and to within 5 % in the case of materials greater than 0.25 mm (0.010 in.) in thickness but less than 1.00 mm (0.040 in.) in thickness.

NOTE 7—In cases where thickness variations are in excess of those recommended in 6.5, results may not be characteristic of the material under test.

6.6 If the material is suspected of being anisotropic, two sets of test specimens shall be prepared having their long axes respectively parallel with and normal to the suspected direction of anisotropy.

6.7 For tensile modulus of elasticity determinations, a specimen gage length of 250 mm (10 in.) shall be considered as standard. This length is used in order to minimize the effects of grip slippage on test results. When this length is not feasible, test sections as short as 100 mm (4 in.) may be used if it has been shown that results are not appreciably affected. However, the 250-mm gage length shall be used for referee purposes. The speed of testing of shorter specimens must be adjusted in order for the strain rate to be equivalent to that of the standard specimen.

NOTE 8—Two round robin tests<sup>8</sup> have shown that, for materials of less than 0.25-mm (10-mil) thickness, line grips padded on the round side with

1.0-mm (40-mil) blotting paper give the same results with a 100-mm test section as a 250-mm test section produces with flat-face grips.

NOTE 9—Excessive jaw slippage becomes increasingly difficult to overcome in cases where high modulus materials are tested in thicknesses greater than 0.25 mm (0.010 in.).

## 7. Conditioning

7.1 *Conditioning*—Condition the test specimens at 23 ± 2°C (73.4 ± 3.6°F) and 50 ± 5 % relative humidity for not less than 40 h prior to test in accordance with Procedure A of Practice D 618 unless otherwise specified by contract or the relevant ASTM material specification. Reference pre-test conditioning, to settle disagreements, shall apply tolerances of ± 1°C (1.8°F) and ± 2 % relative humidity.

7.2 *Test Conditions*—Conduct the tests at 23 ± 2°C (73.4 ± 3.6°F) and 50 ± 5 % relative humidity unless otherwise specified by contract or the relevant ASTM material specification. Reference testing conditions, to settle disagreements, shall apply tolerances of ± 1°C (1.8°F) and ± 2 % relative humidity.

## 8. Number of Test Specimens

8.1 In the case of isotropic materials, at least five specimens shall be tested from each sample.

8.2 In the case of anisotropic materials, at least ten specimens, five normal and five parallel with the principal axis of anisotropy, shall be tested from each sample.

8.3 Specimens that fail at some obvious flaw or that fail outside the gage length shall be discarded and retests made, unless such flaws or conditions constitute a variable whose effect is being studied. However, jaw breaks (failures at the

grip contact point) are acceptable if it has been shown that results from such tests are in essential agreement with values obtained from breaks occurring within the gage length.

NOTE 10—In the case of some materials, examination of specimens, prior to and following testing, under crossed optical polarizers (polarizing films) provides a useful means of detecting flaws which may be, or are, responsible for premature failure.

<sup>8</sup> Supporting data are available from ASTM Headquarters. Request RR: D20-1058.

## 9. Speed of Testing

9.1 The speed of testing is the rate of separation of the two members (or grips) of the testing machine when running idle (under no load). This rate of separation shall be maintained within 5 % of the no-load value when running under full-capacity load.

9.2 The speed of testing shall be calculated from the required initial strain rate as specified in Table 1. The rate of grip separation may be determined for the purpose of these test methods from the initial strain rate as follows:

$$A \leq BC \quad (1)$$

where:

$A$  = rate of grip separation, mm (or in.)/min,

$B$  = initial distance between grips, mm (or in.), and

$C$  = initial strain rate, mm/mm·min (or in./in.·min).

9.3 The initial strain rate shall be as in Table 1 unless otherwise indicated by the specification for the material being tested.

NOTE 11—Results obtained at different initial strain rates are not comparable; consequently, where direct comparisons between materials in various elongation classes are required, a single initial strain rate should be used. For some materials it may be advisable to select the strain rates on the basis of percent elongation at yield.

9.4 In cases where conflicting material classification, as determined by percent elongation at break values, results in a choice of strain rates, the lower rate shall be used.

9.5 If modulus values are being determined, separate specimens shall be used whenever strain rates and specimen dimensions are not the same as those employed in the test for other tensile properties.

## 10. Procedure

10.1 Select a load range such that specimen failure occurs within its upper two thirds. A few trial runs may be necessary to select a proper combination of load range and specimen width.

10.2 Measure the cross-sectional area of the specimen at several points along its length. Measure the width to an accuracy of 0.25 mm (0.010 in.) or better. Measure the thickness to an accuracy of 0.0025 mm (0.0001 in.) or better for films less than 0.25 mm (0.010 in.) in thickness and to an accuracy of 1 % or better for films greater than 0.25 mm (0.010 in.) but less than 1.0 mm (0.040 in.) in thickness.

10.3 Set the initial grip separation in accordance with Table

1.

10.4 Set the rate of grip separation to give the desired strain rate, based on the initial distance between the grips, in

accordance with Table 1. Zero the calibrated load weighing system, extension indicator(s) and recording system.

NOTE 12—Extensometers may be used for modulus of elasticity determinations with the expectation of obtaining more accurate values than may be obtained using grip separation as the effective gage length. Precautions should be taken to ensure that extensometer slippage and undue stressing of the specimen do not occur. Refer also to 6.7.

10.5 In cases where it is desired to measure a test section other than the total length between the grips, mark the ends of the desired test section with a soft, fine wax crayon or with ink. Do not scratch these marks onto the surface since such scratches may act as stress raisers and cause premature specimen failure. Extensometers may be used if available; in this case, the test section will be defined by the contact points of the extensometer.

NOTE 13—Measurement of a specific test section is necessary with some materials having high elongation. As the specimen elongates, the accompanying reduction in area results in a loosening of material at the inside edge of the grips. This reduction and loosening moves back into the grips as further elongation and reduction in area takes place. In effect, this causes problems similar to grip slippage, that is, exaggerates measured extension.

10.6 Place the test specimen in the grips of the testing machine, taking care to align the long axis of the specimen

with an imaginary line joining the points of attachment of the grips to the machine. Tighten the grips evenly and firmly to the degree necessary to minimize slipping of the specimen during test.

10.7 Start the machine and record load versus extension.

10.7.1 When the total length between the grips is used as the test area, record load versus grip separation.

10.7.2 When a specific test area has been marked on the specimen, follow the displacement of the edge boundary lines with respect to each other with dividers or some other suitable device. If a load-extension curve is desired, plot various extensions versus corresponding loads sustained, as measured by the load indicator.

10.7.3 When an extensometer is used, record load versus extension of the test area measured by the extensometer.

10.8 If modulus values are being determined, select a load range and chart rate to produce a load-extension curve of between 30 and 60° to the X axis. For maximum accuracy, use the most sensitive load scale for which this condition can be met. The test may be discontinued when the load-extension curve deviates from linearity.

10.9 In the case of materials being evaluated for secant modulus, the test may be discontinued when the specified extension has been reached.

TABLE 1 Crosshead Speeds and Initial Grip Separation

Percent Elongation at Break	Initial Strain Rate, mm/mm-min (in./in.-min)	Initial Grip Separation		Rate of Grip Separation	
		mm	in.	mm/min	in./min
	0.1	250	10	25	1.0
	Modulus of Elasticity Determination				
	Determinations other than Elastic Modulus				
Less than 20	0.1	125	5	12.5	0.5
20 to 100	0.5	100	4	50	2.0
Greater than 100	10.0	50	2	500	20.0

10.10 If tensile energy to break is being determined, some provision must be made for integration of the stress-strain curve. This may be either an electronic integration during the test or a subsequent determination from the area of the finished stress-strain curve (see Annex A2).

## 11. Calculation

11.1 Toe compensation shall be made in accordance with Annex A1 unless it can be shown that the toe region of the curve is not due to the takeup of slack, seating of the specimen, or other artifact, but rather is an authentic material response.

11.2 *Breaking Factor* (nominal) shall be calculated by dividing the maximum load by the original minimum width of the specimen. The result shall be expressed in force per unit of width, usually newtons per metre (or pounds per inch) of width, and reported to three significant figures. The thickness of the film shall always be stated to the nearest 0.0025 mm (0.0001 in.).

*Example*—Breaking Factor = 1.75 kN/m (10.0 lbf/in.) of width for 0.1300-mm (0.0051-in.) thickness.

NOTE 14—This method of reporting is useful for very thin films (0.13 mm (0.005 in.) and less) for which breaking load may not be proportional to cross-sectional area and whose thickness may be difficult to determine with precision. Furthermore, films which are in effect laminar due to orientation, skin effects, nonuniform crystallinity, etc., have tensile properties disproportionate to cross-sectional area.

11.3 *Tensile Strength* (nominal) shall be calculated by dividing the maximum load by the original minimum cross-sectional area of the specimen. The result shall be expressed in force per unit area, usually megapascals (or pounds-force per square inch). This value shall be reported to three significant figures.

NOTE 15—When tear failure occurs, so indicate and calculate results based on load and elongation at which tear initiates, as reflected in the load-deformation curve.

11.4 *Tensile Strength at Break* (nominal) shall be calculated in the same way as the tensile strength except that the load at break shall be used in place of the maximum load (Note 15 and Note 16).

NOTE 16—In many cases tensile strength and tensile strength at break are identical.

11.5 *Percent Elongation at Break* shall be calculated by dividing the extension at the moment of rupture of the specimen by the initial gage length of the specimen and multiplying by 100. When gage marks or extensometers are used to define a specific test section, only this length shall be used in the calculation; otherwise the distance between the

grips shall be used. The result shall be expressed in percent and reported to two significant figures (Note 15).

11.6 *Yield Strength*, where applicable, shall be calculated by dividing the load at the yield point by the original minimum cross-sectional area of the specimen. The result shall be expressed in force per unit area, usually megapascals (or pounds-force per square inch). This value shall be reported to three significant figures. Alternatively, for materials that exhibit Hookean behavior in the initial part of the curve, an offset yield strength may be obtained as described in the Appendix of Test

Method D 638. In this case the value should be given as “yield strength at —% offset.”

11.7 *Percent Elongation at Yield*, where applicable, shall be calculated by dividing the extension at the yield point by the initial gage length of specimen and multiplying by 100. When gage marks or extensometers are used to define a specific test section, only this length shall be used in the calculation. Before calculating, correct the extension for “toe compensation” as described in Annex A1. The results shall be expressed in percent and reported to two significant figures. When offset yield strength is used, the elongation at the offset yield strength may be calculated.

11.8 *Elastic Modulus* shall be calculated by drawing a tangent to the initial linear portion of the load-extension curve, selecting any point on this tangent, and dividing the tensile stress by the corresponding strain. Before calculating, correct the extension for “toe compensation” as described in Annex A1. For purposes of this determination, the tensile stress shall be calculated by dividing the load by the average original cross section of the test section. The result shall be expressed in force per unit area, usually megapascals (or pounds-force per square inch), and reported to three significant figures.

11.9 *Secant Modulus*, at a designated strain, shall be calculated by dividing the corresponding stress (nominal) by the designated strain. Elastic modulus values are preferable and shall be calculated whenever possible. However, for materials where no proportionality is evident, the secant value shall be calculated. Draw the tangent as directed in A1.3 and Fig. A1.2 of Annex A1, and mark off the designated strain from the yield point where the tangent line goes through zero stress. The stress to be used in the calculation is then determined by dividing the load at the designated strain on the load-extension curve by the original average cross-sectional area of the specimen.

11.10 *Tensile Energy to Break*, where applicable, shall be calculated by integrating the energy per unit volume under the stress-strain curve or by integrating the total energy absorbed and dividing it by the volume of the original gage region of the specimen. As indicated in Annex A2, this may be done directly during the test by an electronic integrator, or subsequently by computation from the area of the plotted curve. The result shall be expressed in energy per unit volume, usually in megajoules per cubic metre (or inch-pounds-force per cubic inch). This value shall be reported to two significant figures.

11.11 For each series of tests, the arithmetic mean of all values obtained shall be calculated to the proper number of significant figures.

11.12 The standard deviation (estimated) shall be calculated as follows and reported to two significant figures:

$$s = \sqrt{\frac{\sum (X^2) - n \bar{X}^2}{n - 1}} \quad (2)$$

$X$  = value of a single observation,

$n$  = number of observations, and

$\bar{X}$  = arithmetic mean of the set of observations.

## 12. Report

12.1 Report the following information:

where:

$s$  = estimated standard deviation.

12.1.1 Complete identification of the material tested, including type, source, manufacturer's code number, form, principal dimensions, previous history, and orientation of samples with respect to anisotropy (if any),

12.1.2 Method of preparing test specimens,

12.1.3 Thickness, width, and length of test specimens,

12.1.4 Number of specimens tested,

12.1.5 Strain rate employed,

12.1.6 Grip separation (initial),

ments were taken by five laboratories. The relative precision obtained in this interlaboratory study is in Table 2.

13.1.1 In deriving the estimates in Table 2, statistical outliers were not removed, in keeping with Practice E 691.<sup>9</sup>

13.1.2 The within-lab standard deviation of a mean value,  $S_{\bar{x}}$ , in each case was determined from the standard deviation,  $S_x$ , of the five individual specimens as follows:  $S_{\bar{x}} = S_x / (5)^{1/2}$ . The  $S_{\bar{x}}$  values were pooled among laboratories for a given material to obtain the within-lab standard deviation,  $S_r$ , of a

**TABLE 2 Precision Data for Modulus**

Tangent Modulus

Material	Thickness, mils	Average, 103 psi	$S_r$ , 103 psi	$S_{Rr}$ , 103 psi	$I_r$ , 103 psi	$I_{Rr}$ , 103 psi
LDPE	1.4	53.9	1.81	8.81	5.12	24.9
HDPE	1.6	191	5.47	16.2	15.5	45.9
PP	1.1	425	10.3	31.5	29.0	89.1
PET	0.9	672	13.8	55.5	39.1	157.1

Secant Modulus

LDPE	1.4	45.0	2.11	3.43	5.98	9.70
HDPE	1.6	150	3.29	9.58	9.30	27.1
PP	1.1	372	4.66	26.5	13.2	74.9
PET	0.9	640	10.0	27.5	28.4	77.8

12.1.7 Crosshead speed (rate of grip separation),

12.1.8 Gage length (if different from grip separation),

12.1.9 Type of grips used, including facing (if any),

12.1.10 Conditioning procedure (test conditions, temperature, and relative humidity if nonstandard),

12.1.11 Anomalous behavior such as tear failure and failure at a grip,

12.1.12 Average breaking factor and standard deviation,

12.1.13 Average tensile strength (nominal) and standard deviation,

12.1.14 Average tensile strength at break (nominal) and standard deviation,

12.1.15 Average percent elongation at break and standard deviation,

12.1.16 Where applicable, average tensile energy to break and standard deviation,

12.1.17 In the case of materials exhibiting "yield" phenomenon: average yield strength and standard deviation; and average percent elongation at yield and standard deviation,

12.1.18 For materials which do not exhibit a yield point: average —% offset yield strength and standard deviation; and average percent elongation at —% offset yield strength and standard deviation,

12.1.19 Average modulus of elasticity and standard deviation (if secant modulus is used, so indicate and report strain at which calculated), and

12.1.20 When an extensometer is employed, so indicate.

### 13. Precision and Bias

13.1 Two interlaboratory tests have been run for these tensile properties. The first was run for modulus only, in 1977, in which randomly drawn samples of four thin ( $\approx 0.025$  mm (0.001-in.)) materials were tested with five specimens in each laboratory. Elastic (tangent) modulus measurements were made by six laboratories, and secant (1 %) modulus measure-

test result (mean of five specimens). See 13.3-13.3.2 for definitions of terms in the tables.

13.2 An interlaboratory test was run for all the other tensile properties except modulus in 1981, in which randomly drawn samples of six materials (one of these in three thicknesses) ranging in thickness from 0.019 to 0.178 mm (0.00075 to 0.007 in.) were tested in seven laboratories. A test result was defined as the mean of five specimen determinations. However, each laboratory tested eight specimens, and the  $S_{\bar{x}}$  was determined from  $S_{\bar{x}} = S_x / (5)^{1/2}$  as above. This was done to improve the quality of the statistics while maintaining their applicability to a five-specimen test result. The materials and their thicknesses are identified in Tables 3-7, each of which contain data for one of the following properties: tensile yield stress, yield elongation, tensile strength, tensile elongation at break, and tensile energy at break (see Note 17).<sup>10</sup>

NOTE 17—Subsequent to filing the research report, examination of the LDPE used in this study between crossed polarizers revealed lengthwise lines representing substantial widthwise variation in molecular orientation that probably was not successfully randomized out of the between-labs component of variance.

NOTE 18—**Caution:** The following explanations of  $I_r$  and  $I_R$  (13.3-13.3.3) are only intended to present a meaningful way of considering the

*Approximate* precision of this test method. The data in Table 2 should not be rigorously applied to the acceptance or rejection of material, as those data are specific to the round robin and may not be representative of other lots, conditions, materials, or laboratories. Users of this test method should apply the principles outlined in Practice E 691 to generate data specific to their laboratory and materials, or between specific laboratories. The principles of 13.3-13.3.3 would then be valid for such data.

<sup>9</sup> Supporting data are available from ASTM Headquarters. Request RR: D20-

108  
4.

<sup>10</sup> Supporting data are available from ASTM Headquarters. Request RR: D20-

110  
1.

TABLE 3 Precision Data for Yield Stress

Material	Thickness, mils	Average, 10 <sup>3</sup> psi	(S <sub>r</sub> ) <sup>A</sup> 10 <sup>3</sup> psi	(S <sub>R</sub> ) <sup>B</sup> 10 <sup>3</sup> psi	I(r) <sup>C</sup> 10 <sup>3</sup> psi	I(R) <sup>D</sup> 10 <sup>3</sup> psi
LDPE	1.0	1.49	0.051	0.13	0.14	0.37
HDPE	1.0	4.33	0.084	0.16	0.24	0.44
PP	0.75	6.40	0.13	0.52	0.37	1.46
PC	4.0	8.59	0.072	0.29	0.20	0.82
CTA	5.3	11.4	0.12	0.50	0.34	1.43
PET	4.0	14.3	0.12	0.23	0.34	0.66
PET	2.5	14.4	0.14	0.54	0.40	1.52
PET	7.0	14.4	0.13	0.36	0.37	1.03

<sup>A</sup> S<sub>r</sub> is the within-laboratory standard deviation of the average.

<sup>B</sup> S<sub>R</sub> is the between-laboratories standard deviation of the average.

<sup>C</sup> I<sub>r</sub> = 2.83 S<sub>r</sub>.

<sup>D</sup> I<sub>R</sub> = 2.83 S<sub>R</sub>.

TABLE 4 Precision Data for Yield Elongation

Material	Thickness, mils	Average, %	(S <sub>r</sub> ) <sup>A</sup> , %	(S <sub>R</sub> ) <sup>B</sup> , %	I(r) <sup>C</sup> , %	I(R) <sup>D</sup> , %
PP	0.75	3.5	0.15	0.41	0.42	1.2
PET	2.5	5.2	0.26	0.92	0.74	2.6
PET	4.0	5.3	0.25	0.60	0.71	1.7
PET	7.0	5.4	0.14	1.05	0.40	3.0
CTA	5.3	5.4	0.19	0.99	0.54	2.8
PC	4.0	6.9	0.24	0.98	0.68	2.8
HDPE	1.0	8.8	0.32	1.82	0.91	5.2
LDPE	1.0	10.0	0.55	3.41	1.56	9.6

NOTE 1—See Table 3 for footnote explanation.

TABLE 5 Precision Data for Tensile Strength

Material	Thickness, mils	Average, 10 <sup>3</sup> psi	(S <sub>r</sub> ) <sup>A</sup> 10 <sup>3</sup> psi	(S <sub>R</sub> ) <sup>B</sup> 10 <sup>3</sup> psi	I(r) <sup>C</sup> 10 <sup>3</sup> psi	I(R) <sup>D</sup> 10 <sup>3</sup> psi
LDPE	1.0	3.42	0.14	0.53	0.40	1.5
HDPE	1.0	6.87	0.27	0.81	0.76	2.3
PC	4.0	12.0	0.34	0.93	0.96	2.6
CTA	5.3	14.6	0.20	1.37	0.57	3.9
PP	0.75	28.4	1.57	4.56	4.4	12.9
PET	4.0	28.9	0.65	1.27	1.8	3.6
PET	7.0	30.3	0.83	1.32	2.3	3.7
PET	2.5	30.6	1.22	2.64	3.4	7.5

NOTE 1—See Table 3 for footnote explanation.

TABLE 6 Precision Data for Elongation at Break

Material	Thickness, mils	Average, %	(S <sub>r</sub> ) <sup>A</sup> , %	(S <sub>R</sub> ) <sup>B</sup> , %	I(r) <sup>C</sup> , %	I(R) <sup>D</sup> , %
----------	-----------------	------------	------------------------------------	------------------------------------	-----------------------	-----------------------

CTA	5.3	26.4	1.0	4.3	3	12
PP	0.75	57.8	4.4	12.7	12	36
PET	2.5	120	8.0	14.6	23	41
PET	7.0	132	5.8	10.6	16	30
PET	4.0	134	4.4	12.2	12	35
PC	4.0	155	5.4	17.1	15	48
LDPE	1.0	205	24.4	73.3	69	210
HDPE	1.0	570	26.0	91.7	74	260

NOTE 1—See Table 3 for footnote explanation.

13.3 For the purpose of compiling summary statistics, a test result has been defined to be the average of five replicate measurements of a property for a material in a laboratory, as specified in this test method. Summary statistics are given in Table 3. In each table, for the material indicated,  $S(r)$  is the pooled within-laboratory standard deviation of a test result,  $S(R)$  is the between-laboratory standard deviation of a test result, where  $r$  equals  $2.83 \sqrt{S(r)}$  (see 13.3.1) and  $R$  equals  $2.83 \sqrt{S(R)}$  (see 13.3.2).

13.3.1 *Repeatability,  $I_r$*  (Comparing two test results for the same material, obtained by the same operator using the same equipment on the same day)—The two test results should be judged not equivalent if they differ by more than the  $I_r$  value for that material.

13.3.2 *Reproducibility*—In comparing two mean values for the same material obtained by different operators using different equipment on different days, either in the same



**TABLE 7 Precision Data for Tensile Energy to Break**

Material	Thickness, mils	Average, 10 <sup>3</sup>	A <sup>3</sup> (S <sub>t</sub> ) 10	B <sup>3</sup> (S <sub>R</sub> ) 10	C <sup>3</sup> I(r) 10	D <sup>3</sup> I(R) 10
		in. <sup>3</sup> /lb/in. <sup>3</sup>	in. <sup>3</sup> /lb/in. <sup>3</sup>	in. <sup>3</sup> /lb/in. <sup>3</sup>	in. <sup>3</sup> /lb/in. <sup>3</sup>	in. <sup>3</sup> /lb/in. <sup>3</sup>
CTA	5.0	3.14	0.14	0.70	0.4	2.0
LDPE	1.0	5.55	0.84	2.47	2.4	7.0
PP	0.75	11.3	1.19	3.11	3.4	8.8
PC	4.0	12.9	0.59	1.55	1.7	4.4
HDPE	1.0	26.0	1.87	5.02	5.3	14.2
PET	2.5	26.1	2.13	4.20	6.0	11.9
PET	4.0	27.1	1.42	2.75	4.0	7.8
PET	7.0	28.4	1.71	2.72	4.8	7.7

NOTE 1—See Table 3 for footnote explanation.

laboratory or in different laboratories, the means should be judged not equivalent if they differ by more than the *R* value for that material.

13.3.3 Any judgment made in accordance with 13.3.1 and 13.3.2 would have an approximate 95 % (0.95) probability of being correct.

13.3.4 For further information, see Practice E 691.

13.4 *Bias*—The systematic error which contributes to the difference between a test result and a true (or reference) value.

There are no recognized standards on which to base an estimate of bias for these test methods.

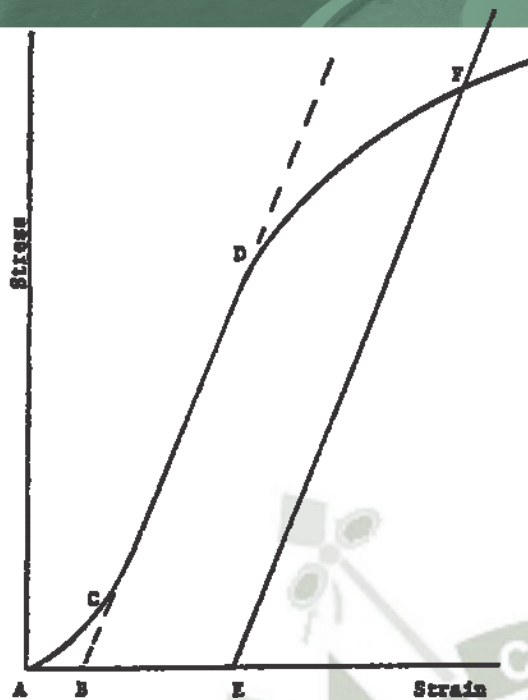
#### 14. Keywords

14.1 modulus of elasticity; plastic film; plastic sheeting; tensile properties; tensile strength; toughness; yield stress

### ANNEXES

#### (Mandatory Information) A1.

#### TOE COMPENSATION



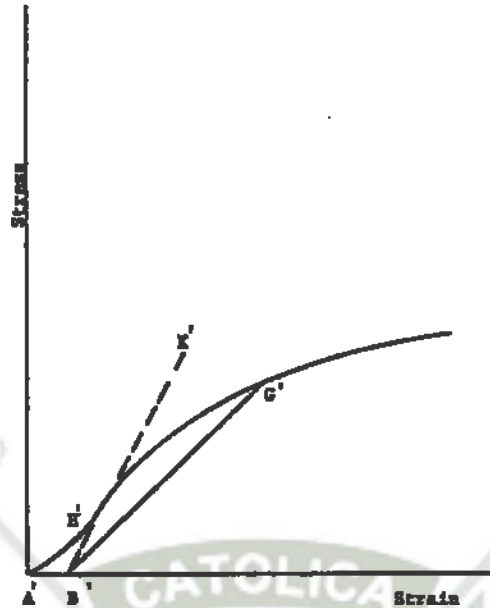
NOTE 1—Some chart recorders plot the mirror image of this graph.

FIG. A1.1 Material with Hookean Region

typical stress-strain curve (Fig. A1.1) there is a toe region, AC, which does not represent a property of the material. It is an artifact caused by takeup of gage and alignment or seating of the specimen. In order to obtain true values of such parameters as modulus, strain, and offset yield point, this artifact must be compensated for to give the corrected zero point on the strain or extension axis.

A1.2 In the case of a material exhibiting a region of Hookean (linear) behavior (Fig. A1.1), a continuation of the linear (CD) region of the curve is constructed through the zero-stress axis. This intersection (B) is the corrected zero-strain point from which all extensions or strains must be measured, including the yield offset (BE), if applicable. The elastic modulus can be determined by dividing the stress at any point along the line CD (or its extension) by the strain at the same point (measured from point B, defined as zero-strain).

A1.3 In the case of a material that does not exhibit any linear region (Fig. A1.2), the same kind of toe correction of the zero-strain point can be made by constructing a tangent to the maximum slope at the inflection point (H). This is extended to intersect the strain axis at point B<sup>8</sup>, the corrected zero-strain point. Using point B<sup>8</sup> as zero strain, the stress at any point (G<sup>8</sup>) on the curve can be divided by the strain at that point to obtain a secant modulus (slope of line B<sup>8</sup> G<sup>8</sup>). For those materials with no linear region, any attempt to use the tangent through the inflection point as a basis for determination of an offset yield point may result in unacceptable error.



NOTE 1—Some chart recorders plot the mirror image of this graph.

FIG. A1.2 Material with No Hookean Region

## A2. DETERMINATION OF TENSILE ENERGY TO BREAK

A2.1 Tensile energy to break (TEB) is defined by the area under the stress-strain curve, or

$$TEB = \int_0^{\epsilon_r} S \, d\epsilon \quad (A2.1)$$

where  $S$  is the stress at any strain,  $\epsilon$ , and  $\epsilon_r$  is the strain at rupture. The value is in units of energy per unit volume of the specimen's initial gage region. TEB is most conveniently and accurately measured with a tension tester equipped with an integrator. The calculation is then:

$$TEB \approx I/K!$$

~full scale load! ~chart speed! ~crosshead speed/chart speed!

~mean caliper! ~specimen width! ~gage length!

(A2.2)

where  $I$  is the integrator count reading and  $K$  is the maximum possible count per unit time for a constant full scale load. This whole calculation is typically done electronically. The results are best expressed in megajoules per cubic metre (or inch-

squares, or weighing the cut-out curve. These techniques are time-consuming and likely to be less accurate, since the load scale on some chart paper is not in round-number dimensions.

Moreover, if the curve coordinates are in terms of force and

extension instead of stress and strain, the calculated energy, corresponding to the measured area, must be divided by the product of gage length, specimen width, and mean caliper:

$$TEB \approx \frac{\text{~curve area! ~force per unit chart scale!}}{\text{(A2.3)}}$$

~extension per unit chart travel!

$$TEB \approx \frac{\text{~curve area! ~force per unit chart scale!}}{\text{~mean caliper! ~specimen width! ~gage length!}}$$

A2.3 For example, if the area under a force-extension curve is 60 000 mm<sup>2</sup>, the load coordinate is 2.0 N/mm of chart scale, the extension coordinate is 0.25 mm of extension per mm of chart travel, and the specimen dimensions are 0.1 mm caliper,

15 mm width and 100 mm gage length, then the calculation for tensile energy to break is:

A2.2 Without an integrator, the area under the recorded stress-strain curve can be measured by planimeter, counting

TEB 5

$$\sim 0.1 \text{ } 3 \text{ } 10^{-3} \text{ m!} \sim 15 \text{ } 3 \text{ } 10^{-3} \text{ m!} \sim 100 \text{ } 3 \text{ } 10^{-3} \text{ m!} \quad (\text{A2.4})$$

$$\text{TEB } 5 \text{ } 200 \text{ MJ/m}^3$$



## SUMMARY OF CHANGES

This section identifies the location of selected changes to this test method. For the convenience of the user, Committee D20 has highlighted those changes that may impact the use of this test method. This section may also include descriptions of the changes or reasons for the changes, or both.

*D 882 – 02:*

(1) Revised 7.1 and 7.2.

*D 882 – 01:*

(1) Section 5.5 rewritten.

(2) Note 6 deleted.

(3) Added Practice D 6287 to Referenced Documents section.

*D 882 – 00:*

(1) Added 11.1.

*D 882 – 97:*

(1) Note 3 rewritten and moved.

(2) ISO equivalency statement changed in Note 4.

(3) ISO reference changed in 2.2.

(4) Apparatus section (Section 5) rewritten.

(5) Table 1 deleted. Table 2 renumbered as Table 1.

(6) Sections 10.3 and 10.4 rewritten.

(7) Note 13 deleted. New Note 12 added.



ASTM International takes no position respecting the validity of any patent rights asserted in connection with any item mentioned in this standard. Users of this standard are expressly advised that determination of the validity of any such patent rights, and the risk of infringement of such rights, are entirely their own responsibility.

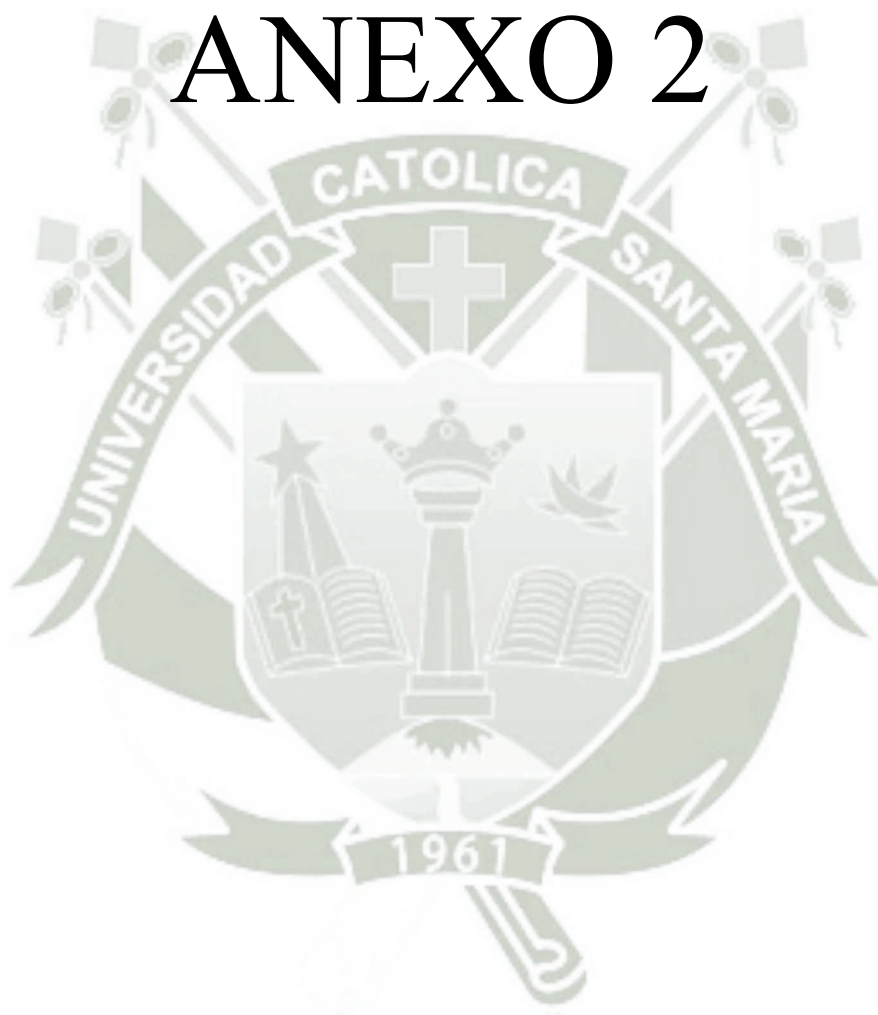
This standard is subject to revision at any time by the responsible technical committee and must be reviewed every five years and if not revised, either reapproved or withdrawn. Your comments are invited either for revision of this standard or for additional standards and should be addressed to ASTM International Headquarters. Your comments will receive careful consideration at a meeting of the responsible technical committee, which you may attend. If you feel that your comments have not received a fair hearing you should make your views known to the ASTM Committee on Standards, at the address shown below.

This standard is copyrighted by ASTM International, 100 Barr Harbor Drive, PO Box C700, West Conshohocken, PA 19428-2959, United States. Individual reprints (single or multiple copies) of this standard may be obtained by contacting ASTM at the above address or at 610-832-9585 (phone), 610-832-9555 (fax), or [service@astm.org](mailto:service@astm.org) (e-mail); or through the ASTM website ([www.astm.org](http://www.astm.org)).





# ANEXO 2



Designation: D 1238 – 04

**Standard Test Method for  
Melt Flow Rates of Thermoplastics by Extrusion**

This standard is issued under the fixed designation D 1238; the number immediately following the designation indicates the year of original adoption or, in the case of revision, the year of last revision. A number in parentheses indicates the year of last reapproval. A superscript epsilon ( $\epsilon$ ) indicates an editorial change since the last revision or reapproval.

## 1. Scope\*

1.1 This test method covers measurement of the rate of extrusion of molten resins through a die of a specified length and diameter under prescribed conditions of temperature, load, and piston position in the barrel as the timed measurement is being made.

1.2 Procedure A is a manual cutoff operation based on time used for materials having flow rates that fall generally between

0.15 and 50 g/10 min. Procedure B is an automatically timed flow rate measurement used for materials having flows from

0.50 to 900 g/10 min. By both procedures, the piston travel is generally the same during the timed measurement; the piston foot is about 46 and 20.6 mm above the die. Comparable flow rates have been obtained by these procedures in interlaboratory round-robin measurements of several materials described in

13.1. Provision is made for calculation of melt volume-flow rate as well as melt mass-flow rate.

NOTE 1—Round-robin testing indicates this test method may be suitable at flow rates up to 1500 g/10 min if the timing clock resolves the elapsed time to the nearest 0.01 s.

NOTE 2—This test method and ISO 1133-1991 are technically equivalent.

1.3 *This standard does not purport to address the safety concerns, if any, associated with its use. It is the responsibility of the user of this standard to establish appropriate safety and health practices and determine the applicability of regulatory limitations prior to use.* Specific precautionary statements are given in 5.7, 10.2.12, and 14.1.2.

## 2. Referenced Documents

### 2.1 ASTM Standards:<sup>2</sup>

D 618 Practice for Conditioning Plastics for Testing

D 883 Terminology Relating to Plastics

E 691 Practice for Conducting an Interlaboratory Study to

<sup>1</sup> This test method is under the jurisdiction of ASTM Committee D20 on Plastics and is the direct responsibility of Subcommittee D20.30 on Thermal Properties (Section D20.30.08).

Current edition approved March 1, 2004. Published April 2004. Originally approved in 1965. Last previous edition approved in 2001 as D 1238 - 01<sup>ε1</sup>.

<sup>2</sup> For referenced ASTM standards, visit the ASTM website, [www.astm.org](http://www.astm.org), or contact ASTM Customer Service at [service@astm.org](mailto:service@astm.org). For *Annual Book of ASTM*

Standards volume information, refer to the standard's Document Summary page on the ASTM website.

Determine the Precision of a Test Method

2.2 *ANSI Standard:*

B46.1 on Surface Texture<sup>3</sup>

2.3 *ISO Standard:*

ISO 1133-1991 Determination of the Melt-Mass Flow Rate (MFR) and the Melt Volume-Flow Rate (MVR) of Thermoplastics<sup>3</sup>

### 3. Terminology

3.1 *General:*

3.1.1 For definition of some of the technical terms used in this test method refer to Terminology D 883.

### 4. Significance and Use

4.1 This test method is particularly useful for quality control tests on thermoplastics.

**NOTE 3**—Polymers having flow rates less than 0.15 or greater than 900 g/10 min may be tested by the procedures in this test method; however, precision data have not been developed.

4.2 This test method serves to indicate the uniformity of the flow rate of the polymer as made by an individual process and, in this case, may be indicative of uniformity of other properties. However, uniformity of flow rate among various polymers as made by various processes does not, in the absence of other tests, indicate uniformity of other properties.

4.3 The flow rate obtained with the extrusion plastometer is not a fundamental polymer property. It is an empirically defined parameter critically influenced by the physical properties and molecular structure of the polymer and the conditions of measurement. The rheological characteristics of polymer melts depend on a number of variables. Since the values of these variables occurring in this test may differ substantially from those in large-scale processes, test results may not correlate directly with processing behavior.

4.4 The flow rate of a material may be measured under any of the conditions listed for it in 8.2. Additional characterization of a material can be obtained if more than one condition is used. In case two conditions are employed, a Flow Rate Ratio (FRR) may be obtained by dividing the flow rate at one condition by the flow rate at the other condition.

<sup>3</sup> Available from American National Standards Institute (ANSI), 25 W. 43rd St., 4th Floor, New York, NY 10036.

**\*A Summary of Changes section appears at the end of this standard.**

Copyright © ASTM International, 100 Barr Harbor Drive, PO Box C700, West Conshohocken, PA 19428-2959, United States.

## 5. Apparatus

### 5.1 *Plastometer:*

5.1.1 The apparatus shall be a dead-weight piston plastometer consisting of a thermostatically controlled heated steel cylinder with a die at the lower end and a weighted piston operating within the cylinder. The essential features of the plastometer, illustrated in Figs. 1 and 2, are described in

5.2-5.8. All dimensional measurements shall be made when the article being measured is at  $23 \pm 5^\circ\text{C}$ .

5.1.2 Relatively minor changes in the design and arrangement of the component parts have been shown to cause differences in results among laboratories. It is important, therefore, for the best interlaboratory agreement that the design adhere closely to the description herein; otherwise, it should be determined that modifications do not influence the results.

5.2 *Cylinder*—The steel cylinder shall be 50.8 mm in diameter, 162 mm in length with a smooth, straight hole

$9.5504 \pm 0.0076$  mm in diameter, displaced 4.8 mm from the cylinder axis. Wells for a thermal sensor (thermoregulator, thermistor, etc.) and thermometer shall be provided as shown in Fig. 1. A 3.2-mm plate shall be attached to the bottom of the cylinder to retain the die. A hole in this plate, centered under the die and countersunk from below, allows free passage of the extrudate. The cylinder may be supported by at least two

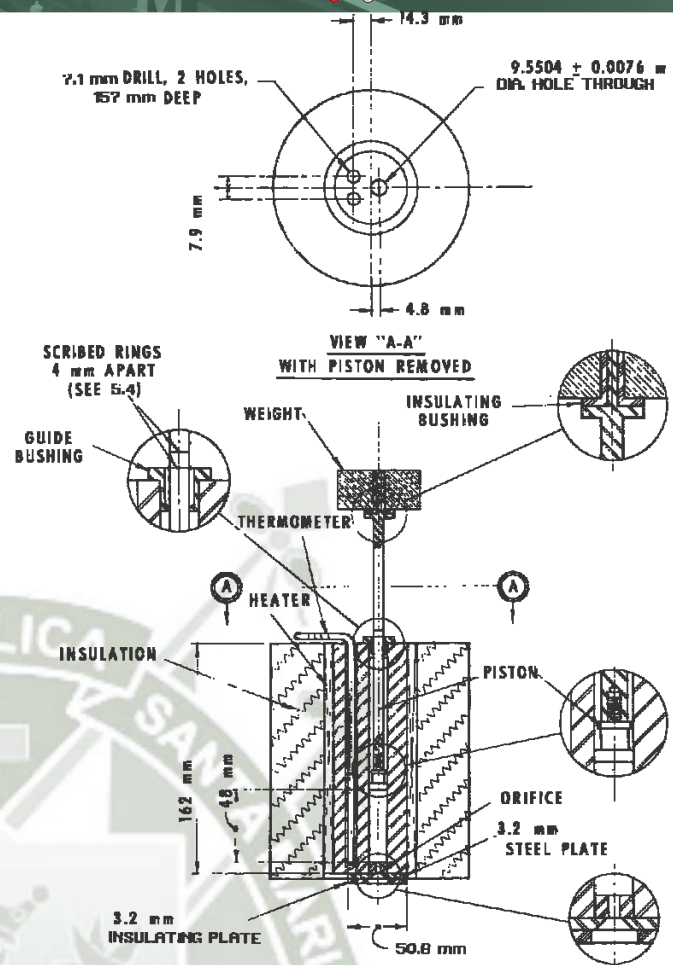


FIG. 1 General Arrangement of Extrusion Plastometer

5.4 Piston:

5.4.1 The piston shall be made of steel with an insulating bushing at the top as a barrier to heat transfer from the piston to the weight. The land of the piston shall be  $9.4742 \pm 0.0076$  mm in diameter and  $6.35 \pm 0.13$  mm in length. The piston

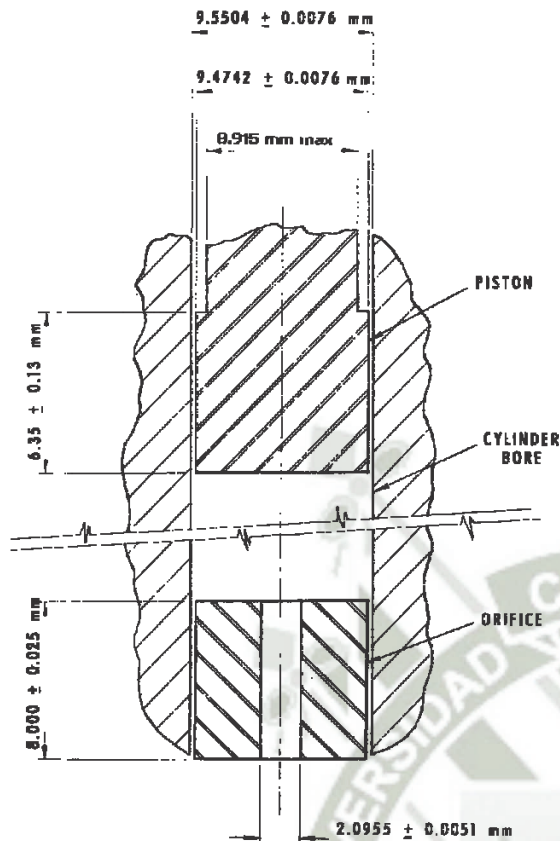


FIG. 2 Details of Extrusion Plastometer

6.4-mm high-strength screws at the top (radially positioned at right angles to the applied load) or by at least two 10-mm diameter rods screwed into the side of the cylinder for attaching to a vertical support. The essential dimensions of a satisfactory cylinder of this type are shown in Fig. 1 (Note 4). The cylinder bore should be finished by techniques known to produce approximately 12 rms or better in accordance with ANSI B46.1.

NOTE 4—Cylinders made of SAE 52100 or other equivalent steel heat-hardened to 60–65 Rockwell Hardness Scale C give good service when used at temperatures below 200°C. Cylinder liners of cobalt-chromium-tungsten alloy are also satisfactory to 300°C.

5.3 Die—The outside of the steel die shall be such diameter that it will fall freely to the bottom of the  $9.5504 \pm 0.0076$  mm diameter hole in the cylinder (Note 5). The die shall have a smooth straight bore  $2.0955 \pm 0.0051$  mm in diameter and shall be  $8.000 \pm 0.025$  mm in length. The bore and its finish are critical. It shall have no visible drill or other tool marks and no detectable eccentricity. The die bore shall be finished by techniques known to produce approximately 12 rms or better in accordance with ANSI B46.1.

NOTE 5—Recommended die material is tungsten carbide. Also satisfactory are steel, synthetic sapphire, and cobalt-chromium-tungsten alloy.

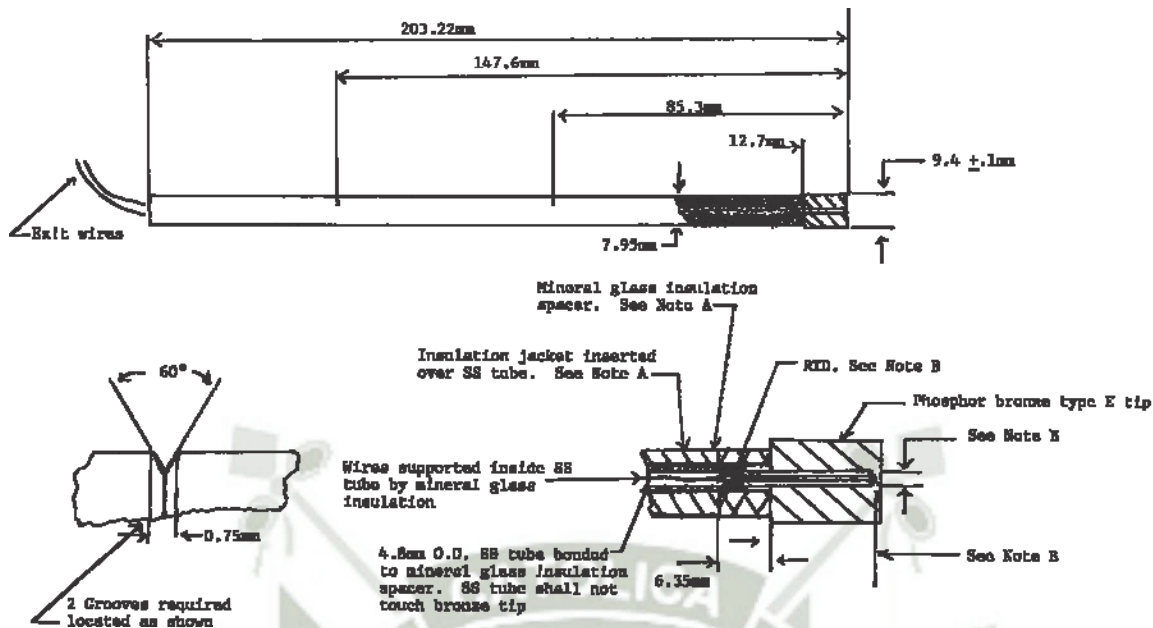


FIG. 3 Example of a Temperature Calibration Device

Note A—Mineral glass insulation or equivalent spacer shall be bonded to tip and SS tube. Bond material shall be low conductivity type, 400°C minimum rating. Insulation jacket material shall be low conductivity type (400°C minimum rating preferred, see Note 5).

Note B—The RTD shall be inserted into bronze tip and bonded using high conductivity, 400°C rated material. Tip of RTD element shall touch the bronze tip. Minimum insertion depth of 11.2 mm clearance between RTD and tip wall shall be minimized.

design may incorporate means for land replacement, for example, having threads and flats immediately above the land. Above the land, the piston shall be no larger than 8.915 mm in diameter (Note 6). The finish of the piston foot shall be 12 rms in accordance with ANSI B46.1. If wear or corrosion is a problem, the piston should be of stainless steel and equipped with a detachable foot for ease of replacement.

NOTE 6—To improve standardization it is preferable that the piston be guided with a loose-fitting metal sleeve at the top of the cylinder.

NOTE 7—Pistons of SAE 52100 steel with the bottom 25 mm, including the foot, hardened to a Rockwell hardness, C scale, of 55 to 59 have been found to give good service when used at temperatures below 200°C.

5.4.2 The piston shall be scribed with two reference marks

4 mm apart in such fashion that when the lower mark coincides with the top of the cylinder or other suitable reference point, the bottom of the piston is 48 mm above the top of the die (see Fig. 1).

5.4.3 The combined weight of piston and load shall be within a tolerance of  $\pm 0.5\%$  of the selected load.

5.5 Heater:

5.5.1 The equipment must have a heater capable of heating the apparatus so that the temperature at 10 mm above the die

can be maintained within  $\pm 0.2^\circ\text{C}$  of the desired temperature during the test. The temperature of the barrel, from 10 mm to 75 mm above the top of the die, must be maintained within  $\pm 1\%$  of the set temperature ( $^\circ\text{C}$ ).

NOTE 8—At temperatures higher than 200°C this degree of temperature control may be more difficult to obtain.

5.5.2 Calibrate the temperature-indicating device by means of a light-gage probe-type thermocouple or a platinum-

resistance temperature sensor having a short sensing length.<sup>4</sup>

The thermocouple should be encased in a metallic sheath having a diameter of approximately 1.6 mm with its hot junction grounded to the end of the sheath. Insert the temperature sensor into the melt from the top of the cylinder so that it is 10 ± 1 mm above the upper face of the die. The temperature sensors shall be used with a potentiometer having a sensitivity of at least 0.005 mV, or a temperature readout having a sensitivity of at least 0.1°C. Calibration should also be verified at 75 mm above the upper face of the die. An alternate technique for calibration is to use a sheathed thermocouple or platinum-resistance temperature sensor with tip diameter of

9.4 ± 0.1 mm for insertion in the bore without material present. An example of this is shown in Fig. 3. Calibration of the temperature-indicating device shall be verified at each run temperature.

NOTE 9—The response of the temperature sensing device may be affected by immersion level. Take care to ensure adequate insulation of the device sensor and stabilization of the barrel temperature.

5.5.3 Heat shall be supplied by electric band heater(s) covering the entire length of the cylinder. The heater(s) may be single- or multi-element, depending upon the manufacturer's control means. The heater(s) plus control system must be capable of maintaining the temperature within the required

±0.2°C of the set point. The temperature sensor and readout equipment must be calibrated to a traceable national standard.

<sup>4</sup> Round-robin data showing flow rate and corresponding temperature profile of the melt obtained using probe-type thermocouples and platinum resistance temperature sensors can be obtained from ASTM Headquarters. Request RR:D20-1094.

(that is, NIST) at least once per year. The cylinder with the heater(s) shall be lagged with 38 mm of foamed-glass insulation. An insulating plate 3.2 mm in thickness shall be attached to the bottom of the cylinder to minimize heat loss at this point.

**5.6 Temperature Controller**—The type of controller and sensor must be capable of meeting the required control tolerance specified in 5.5.1.

**5.7 Thermometer**—Thermometers having a range of 4°C graduated in 0.2°C divisions may be used to indicate temperature. The temperature at this point may not necessarily be the temperature of the material 10 mm above the die. The thermometer may be used to monitor indirectly the temperature of the material 10 mm above the die and may be calibrated by reference to a thermocouple or platinum resistance temperature sensor inserted in the material 10 mm above the die. See 5.5.2 for a description of a method for measuring temperature.

**Warning**—Caution should be observed with the use of a mercury-filled thermometer. Mercury vaporization occurs if the thermometer is broken. Mercury thermometers are not to be used at or above the boiling point of mercury, which is 357°C.

NOTE 10—Warning:

**5.8 Level**—Provision shall be made for vertical alignment of the bore of the extrusion plastometer. This is necessary to minimize subtractive loads resulting from rubbing or friction between the piston tip and sidewall. Means of alignment are discussed in Appendix X1.

**5.9 Accessory Equipment**—Necessary accessories include equipment for charging samples to the cylinder, a funnel, a die plug, a tool for cutting off the extruded sample, a timer or stop watch, cleaning equipment, go/no-go gages, a balance accurate

to 60.001 g, and, when required, a weight or weight-piston support.

NOTE 11—Satisfactory operation of the apparatus for polyethylenes can be ascertained by making measurements on NIST Standard Reference

Materials (SRMs) certified for melt flow rate. The four SRMs certified under condition 190/2.16 are SRM 1473 with a flow rate of 1.29 g/min, SRM 1474 with a flow rate of 5.03 g/10 min, SRM 1496 with a flow rate of 0.26 g/10 min, and SRM 1497 with a flow rate of 0.19 g/10 min. SRM

is accelerated by moisture at the high temperatures used in testing. Check the applicable material specification for any conditioning requirements before using this test. See Practice D 618 for appropriate conditioning practices.

## 8. Procedural Conditions

8.1 Standard conditions of test are given in Table 1. Test conditions shall be shown as: Condition \_\_\_/\_\_\_, where the temperature in degrees Celsius is shown first, followed by the weight in kilograms. For example: Condition 190/2.16.

8.2 The following conditions have been found satisfactory for the material listed:

Material	Condition	
Acetals (copolymer and homopolymer)	190/2.16	190/1.05
Acrylics	230/1.2	230/3.8
Acrylonitrile-butadiene-styrene	200/5.0	230/3.8
	220/10	
Acrylonitrile/butadiene/styrene/polycarbonate blends	230/3.8	250/1.2
	265/3.8	265/5.0
Cellulose esters	190/0.325	190/2.16
	190/21.60	210/2.16
Ethylene-chlorotrifluoroethylene copolymer	271.5/2.16	
Ethylene-tetrafluoroethylene copolymer	297/5.0	
Nylon	275/0.325	235/1.0
	235/2.16	235/5.0
	275/5.0	
Perfluoro(ethylene-propylene) copolymer	372/2.16	
Perfluoroalkoxyalkane	372/5.0	
Polycaprolactone	125/2.16	80/2.16
Polychlorotrifluoroethylene	265/12.5	
Polyether sulfone (PES)	380/2.16	360/10
	343/2.16	
Polyethylene	125/0.325	125/2.16
	250/1.2	
	190/0.325	190/2.16
	190/21.60	190/10
	310/12.5	
Polymonochlorotrifluoroethylene	265/21.6	
	265/31.6	
Polypropylene	230/2.16	
Polyphenyl sulfone (PPSU)	365/5.0	380/2.16

1475a is certified under condition 190/3.25 with a flow rate of 2.20 g/10 min.<sup>5</sup>

## 6. Test Specimen

6.1 The test specimen may be in any form that can be introduced into the bore of the cylinder, for example, powder, granules, strips of film, or molded slugs. It may be desirable to preform or pelletize a powder.

## 7. Conditioning

7.1 Many thermoplastic materials do not require conditioning prior to testing. Materials which contain volatile components, are chemically reactive, or have other special characteristics most probably require appropriate conditioning procedures. Moisture not only affects reproducibility of flow rate measurement but, in some types of materials, degradation

Polystyrene	200/5.0	230/1.2
	230/3.8	190/5.0
Polysulfone (PSU)	343/2.16	360/10
	250/2.16	210/2.16
Polyterephthalate	285/2.16	
	150/21.6	
Poly(vinyl acetal)	150/21.6	
Poly(vinylidene fluoride)	230/21.6	
	230/5.0	
Poly(phenylene sulfide)	315/5.0	
Styrene acrylonitrile	220/10	230/10
	230/3.8	
Styrenic Thermoplastic Elastomer	190/2.16	200/5.0
Thermoplastic Elastomer-Ether-Ester	190/2.16	220/2.16
	230/2.16	240/2.16
		250/2.16
Thermoplastic elastomers (TEO)	230/2.16	
Vinylidene fluoride copolymers	230/21.6	
	230/5.0	

<sup>5</sup> These standard polyethylenes are available from the National Institute of Standards and Technology, Office of Standard Reference Materials, Washington, DC 20234.

for  $T_m = 100^\circ$  use 120/5.0 or 21.6

NOTE 12—Some materials may require special materials of construction or handling for performing this test. Please refer to the material specification for appropriate recommendations.

8.3 If more than one condition is used and the material is polyethylene, the determination of Flow Rate Ratio (FRR) has been found to be useful. The FRR is a dimensionless number derived by dividing the flow rate at Condition 190/10 by the flow rate at Condition 190/2.16.

NOTE 13—When determining such a ratio of flow rates for a material at

TABLE 1 Standard Test Conditions, Temperature, and Load

Condition	Temperature, °C		Total Load Including Piston, kg		Approximate Pressure	
80/2.16	80	2.16				
125/0.325	125	0.325		44.8		6.5
125/2.16	125	2.16		298.2		43.25
150/2.16	150	2.16		298.2		43.25
190/0.325	190	0.325		44.8		6.5
190/2.16	190	2.16		298.2		43.25
190/21.60	190	21.60		2982.2		432.5
200/5.0	200	5.0		689.5		100.0
230/1.2	230	1.2		165.4		24.0
230/3.8	230	3.8		524.0		76.0
265/12.5	265	12.5		1723.7		250.0
275/0.325	275	0.325		44.8		6.5
230/2.16	230	2.16		298.2		43.25
190/1.05	190	1.05		144.7		21.0
190/10.0	190	10.0		1379.0		200.0
300/1.2	300	1.2		165.4		24.0
190/5.0	190	5.0		689.5		100.0
235/1.0	235	1.0		138.2		20.05
235/2.16	235	2.16		298.2		43.25
235/5.0	235	5.0		689.5		100.0
250/2.16	250	2.16		298.2		43.25
310/12.5	310	12.5		1723.7		250.0
210/2.16	210	2.16		298.2		43.25
285/2.16	285	2.16		298.2		43.25
315/5.0	315	5.0		689.5		100.0
372/2.16	372	2.16		298.2		43.25
372/5.0	372	5.0		689.5		100
297/5.0	297	5.0		689.5		100
230/21.6	230	21.6		2982.2		432.5
230/5.0	230	5.0		689.5		100
265/21.6	265	21.6		2982.2		432.5
265/31.6	265	31.6		4361.2		632.5
271.5/2.16	271.5	2.16		298.2		43.25
220/10	220	10.0		1379.0		200.0
250/1.2	250	1.2		165.4		24.0
265/3.8	265	3.8		524.0		76.0
265/5	265	5.0		689.5		100.0

the same temperature under different loads, it has been found that precision is maximized when one operator uses one Procedure (A or B), the same plastometer, and the same die for both measurements (the die need not be removed from the plastometer between the two determinations).

**9. Procedure A—Manual Operation**

9.1 Select conditions of temperature and load from Table 1 in accordance with material specifications such that flow rates will fall between 0.15 to 50 g/10 min.

9.2 Ensure that the bore of the extrusion plastometer is properly aligned in the vertical direction. (See Appendix X1.)

9.3 Inspect the apparatus and die for cleanliness. If it is not clean, see 9.11.

NOTE 14—The degree of cleanliness can significantly influence the flow rate results, therefore a thorough method of cleaning must be established. It has been found that three swabs of the barrel is satisfactory for most materials and that the die, barrel, and piston are more easily cleaned while hot.

9.4 Check the die bore diameter with appropriately sized no-go/go gages prior to testing. Make frequent checks to determine whether the die diameter (tested with die at 23 ± 5°C) is within the tolerances given in 5.3.

NOTE 15—Cleaning and usage can result in a die diameter that is out of specifications. Data has shown that erroneous results will be obtained if the die diameter is not within the appropriate tolerances.

9.5 Verify that the temperature is stable and within  $60.2^{\circ}\text{C}$

of the appropriate test temperature as specified in 5.5.1.

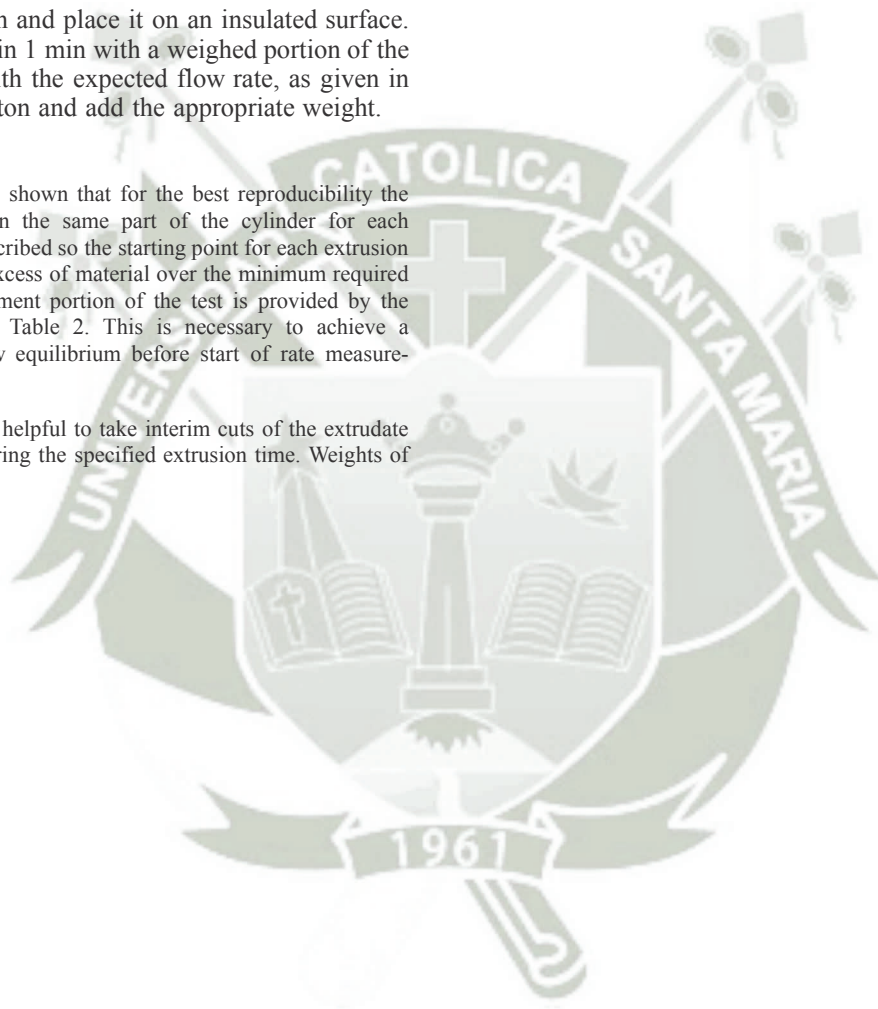
9.6 Insert the die and the piston. The temperature of the cylinder with the piston and die in place must be stable at the appropriate test temperature 15 min before testing is begun. When equipment is used repetitiously, it should not be necessary to heat the piston and die for 15 min.

NOTE 16—The reduction in heating time when the unit is being used repetitiously is only allowed when runs of the same or similar material are being measured over a continuous time frame. If the piston and die are removed and cleaned, they should be considered “cold” and the full 15 minutes heating stabilization time required.

9.7 Remove the piston and place it on an insulated surface. Charge the cylinder within 1 min with a weighed portion of the sample in accordance with the expected flow rate, as given in Table 2. Reinsert the piston and add the appropriate weight.

NOTE 17—Experience has shown that for the best reproducibility the piston should operate within the same part of the cylinder for each measurement. The piston is scribed so the starting point for each extrusion is roughly the same. Some excess of material over the minimum required for the actual flow measurement portion of the test is provided by the charging weights shown in Table 2. This is necessary to achieve a void-free extrudate and flow equilibrium before start of rate measurements.

NOTE 18—It is frequently helpful to take interim cuts of the extrudate at uniform time intervals during the specified extrusion time. Weights of



**TABLE 2 Standard Test Conditions, Sample Mass,<sup>A</sup> and Testing**

Time <sup>B</sup>			
Flow Range, g/10 min	Suggested Mass of Sample in Cylinder, g	Time Inter- val, min	Factor for Obtaining Flow Rate in g/10 min
0.15 to 1.0	2.5 to 3.0	6.00	1.67
>1.0 to 3.5	3.0 to 5.0	3.00	3.33
>3.5 to 10	4.0 to 8.0	1.00	10.00
>10 to 25	4.0 to 8.0	0.50	20.00
>25	4.0 to 8.0	0.25	40.00

<sup>A</sup> This is a suggested mass for materials with melt densities of about 0.7 g/cm<sup>3</sup>. Correspondingly, greater quantities are suggested for materials of greater melt densities. Density of the molten resin (without filler) may be obtained using the procedure described by Terry, B. W., and Yang, K., "A New Method for Determining Melt Density as a Function of Pressure and Temperature," SPE Journal, SPEJA, Vol. 20, No. 6, June 1964, p. 540 or the procedure described by Zoller, Paul, "The Pressure-Volume-Temperature Properties of Polyolefins," Journal of Applied Polymer Science, Vol 23, 1979, p. 1051. It may also be obtained from the weight of an extruded known volume of resin at the desired temperature. For example, 25.4 mm (1 in.) of piston movement extrudes 1.804 cm<sup>3</sup> of resin. An estimate of the density of the material can be calculated from the following equation:

$$\text{resin density at test temperature} \leq M/1.804$$

where:

M = mass of extruded resin.

<sup>B</sup> See 9.14.

these individual cuts give an indication of the presence of bubbles which may be masked due to their size or to opacity of the sample. This technique is particularly helpful in the case of highly pigmented materials. Forcing out some of the resin manually during the preheat period often eliminates bubbles in the test extrudate.

9.8 Allow time for the material to soften and begin to melt, and then purge some material to a position such that subsequent travel of the piston will position the lower scribe mark at the reference start position 7.0  $\pm$  0.5 min from the completion of the charge. Purge must be completed at least 2 min prior to start of the test for materials having melt flow rates less than 10 g/10 min.

NOTE 19—It has been found that purging within 60 s of the start time will result in higher variability in the data.

NOTE 20—There may be cases where the 7.0  $\pm$  0.5 min is too much or not enough preheat time. For those materials, provisions must be in the material documents. It is necessary to refer to the appropriate material document before beginning any test.

NOTE 21—Additional care may be necessary to prevent thermal degradation in the extrusion plastometer. This is sometimes done by the addition of an appropriate antioxidant. For highly unstable materials, it may be necessary to use alternative techniques as an indication of flow characteristics.

within 7.0  $\pm$  0.5 min from the end of charging; otherwise, discard the charge and repeat the test with readjusted piston

position after the initial purge, or change weights. Requirements are that the top scribed mark on the piston be visible above the cylinder or index and that the lower scribe mark be

9.9 For materials with flow rates greater than 10 g/10 min, a weight (and if needed, a piston) support must be used after the initial purge. The support shall be removed at such a time as to allow the test to begin within 7  $\pm$  0.5 min of the completion of the charge. The piston/weight support should be of such a length that the lower scribe mark of the supported piston/weight will be 25 mm above the top of the guide bushing or other suitable reference mark.

NOTE 22—It has been found that the effect of choosing plugging, weight support, or both, is significant to the flow rate results. The choice of piston support was made to cover all conditions and flow rates 10 to 50 g/10 min.

9.10 For all tests, start collecting a timed extrudate when requirements for the piston position are met, provided this is

in the cylinder or below the index. As the lower scribed mark approaches the top of the cylinder or index, reset the timer to zero, then simultaneously start the timer and make the initial cut-off when the position requirements are met. Make the final cut-off exactly when the time interval given in Table 2 is reached. Collect the timed extrudate. If the extrudate contains visible bubbles, discard the complete charge and begin the test again.

NOTE 23—The charge weight should only be increased if no material is being purged and there is still not enough material to complete the test.

9.11 Discharge the remainder of the specimen and push the die out through the top of the cylinder. Swab out the cylinder with cloth patches after the manner of cleaning a pistol barrel. The die may be cleaned by dissolving the residue in a solvent. A better method is pyrolytic decomposition of the residue in a nitrogen atmosphere. Place the die in a tubular combustion furnace or other device for heating to 550  $\pm$  10°C and clean with a small nitrogen purge through the die. This method is preferable to flame or solvent cleaning, being faster than solvent cleaning and less detrimental to the die than an open flame. In certain cases where materials of a given class having similar flow characteristics are being tested consecutively, interim die cleaning may be unnecessary. In such cases, however, the effect of cleaning upon flow rate determination must be shown to be negligible if this step is avoided.

9.12 Once the extrudate is cool, weigh to the nearest 1 mg.

9.13 Multiply the weight of the extrudate by the appropriate factor shown in Table 2 to obtain the flow rate in grams per 10 min.

NOTE 24—Frequently, errors in test technique, apparatus geometry, or test conditions, which defy all but the most careful scrutiny exist, causing discrepancy in flow rate determinations. The existence of such errors is readily determined by periodically measuring a reference sample of known flow rate. The flow rate value and range to be tolerated can be determined using a statistically correct test program composed of multiple determinations with various instruments. Standard samples of polyethylene, linear or branched, are available from the National Institute of Standards and Technology.

9.14 In case a specimen has a flow rate at the borderline of the ranges in Table 2 and slightly different values are obtained at different time intervals, the referee value shall be obtained at the longer time interval.

## 10. Procedure B—Automatically Timed Flow Rate

### Measurement

#### 10.1 Apparatus:

10.1.1 Extrusion plastometer and auxiliary equipment are detailed in Section 4 and below.

10.1.2 A timing device shall electrically, optically, or mechanically time piston movement within the specified travel range. The requirements of the system are as follows:

10.1.2.1 Sense and indicate the piston travel time within 0.01 s (see Note 1).

10.1.2.2 Measure piston travel within  $\pm 0.4\%$  of the nominal preset value (see 10.1.2.4 and 10.1.2.5) for use in the flow rate calculations.

10.1.2.3 Any effects on the applied load must be included in the allowable tolerance given in 5.4.3.

10.1.2.4 It should be preset or be settable for measuring piston travel of  $6.35 \pm 0.25$  mm for flow rates up to 10 g/10 min.

10.1.2.5 It should be preset or be adjustable for measuring piston travel of  $25.4 \pm 0.25$  mm for flow rates greater than 10 g/10 min.

10.1.2.6 To ensure high interlaboratory reproducibility, it is important that the timing device operates within a fixed portion of the cylinder. This is defined as the portion of the cylinder between  $46 \pm 2$  mm and  $20.6 \pm 2$  mm above the top of the die.

10.1.2.7 Check die, cylinder, and position dimensions for conformance to 5.2-5.4 and Figs. 1 and 2.

## 10.2 Procedure:

10.2.1 Refer to Table 1 for selection of conditions of temperature and load in accordance with the material specification.

10.2.2 Check the die bore diameter with appropriately sized no-go/go gages prior to testing. Make frequent checks to determine whether the die diameter (tested with die at  $23 \pm 5^\circ\text{C}$ ) is within the tolerances given in 5.3 (see Note 15).

10.2.3 Ensure that the bore of the extrusion plastometer is properly aligned in the vertical direction (see Appendix X1).

10.2.4 Inspect the apparatus and die for cleanliness. If it is not clean, see 9.11 and Note 14.

10.2.5 Check the die bore diameter with appropriately sized no-go/go gages before beginning the test. Make frequent checks to determine whether the die diameter is within the tolerances given in 5.3 (see Note 15).

10.2.6 Verify that the temperature is stable and within  $\pm 0.2^\circ\text{C}$  of the appropriate test temperature as specified in 5.5.1.

10.2.7 Insert the die and the piston. The temperature of the cylinder with the piston and die in place must be stable at the appropriate test temperature 15 min before testing is begun. When equipment is used repetitiously, it should not be necessary to heat the piston and die for 15 min.

10.2.8 Adjust the travel arm to  $6.35 \pm 0.25$  mm for measuring materials with expected flow rates of up to 10 g/10 min or  $25.40 \pm 0.25$  mm for measuring materials with expected flow rates of 10 g/10 min or higher.

TABLE 3 Factors for Calculation of Flow Rate

Factor for

NOTE 25—It has been found that for some materials the melt flow rates obtained on a material will be different depending on which timer length is chosen; therefore, it is important to adhere to the protocol in 10.2.8 to compare interlaboratory results.

10.2.9 Remove the piston and place it on an insulated surface. Charge the cylinder within 60 s with a weighted portion of the sample in accordance with the expected flow rate, as given in Table 2. Reinsert the piston and add weight.

10.2.10 Allow time for the material to soften and begin to melt, and then purge some material to a position such that subsequent travel of the piston will position the lower scribe mark at the reference start position 7.0  $\pm$  0.5 min from the completion of the charge. Purge must be completed at least 2 min prior to start of the test for materials having melt flow rates less than 10 g/10 min (see Note 19).

10.2.11 Weight and piston support, if needed, must be used after the initial purge. The support will be removed at such a time as to allow the timer to activate within 7.0  $\pm$  0.5 min after completion of the charge. If the timer is not activated within

7  $\pm$  0.5 min after the completion of the charge, the test must be repeated with readjusted piston position after the initial purge, or change weights. The piston/weight support should be of such a length that the lower scribe mark of the supported piston/weight will be at least 25 mm above the top of the cylinder. Only use piston support if there is excessive material flow (see Notes 22 and 23).

Material (Unpigmented)	Tempera- ture, °C	Piston Travel, L, cm [in.]	Calculation of Flow Rate, F <sup>A</sup>
Polyethylene	190	2.54 [1]	826
Polyethylene	190	0.635 [0.25]	207
Polypropylene	230	2.54 [1]	799
Polypropylene	230	0.635 [0.25]	200

<sup>A</sup> Factors calculated using melt-density values of 0.7636 g/cm<sup>3</sup> for polyethylene and 0.7386 g/cm<sup>3</sup> for polypropylene, as expressed in article by Zoller, Paul, "The Pressure-Volume-Temperature Properties of Polyolefins," Journal of Applied Polymer Science, Vol 23, 1979, P. 1051. The base densities at 23°C for which the melt densities are reported were 0.917 g/dm<sup>3</sup> for annealed low-density polyethylene and polypropylene homopolymer.

10.2.12 For materials greater than 50 g/10 min a die plug must be used in addition to the piston/weight support. The die plug is inserted before charge and is removed prior to removing the piston/weight support. The initial charge should be adjusted to reduce excess flow. If the timer arm is not activated within

7  $\pm$  0.5 min after the completion of the charge the test must be repeated with readjusted piston position, or change weights (see Notes 22 and 23). **Warning**—Rapid expulsion of material when die plug is removed may be hazardous.

NOTE 26—**Warning:**

10.2.13 If the timed extrudate contains visible bubbles, repeat the test (see Note 24).

10.2.14 Record the time to the nearest 0.01 s for the piston to complete the calibrated distance of travel.

10.2.15 Discharge any remaining resin and clean the die, piston, and cylinder as detailed in 9.11.

## 11. Procedure C— Automatically Timed Flow Rate Measurement for High Flow Rate Polyolefins Using Half-Height, Half Diameter Die

### 11.1 Apparatus:

11.1.1 Extrusion plastometer and auxiliary equipment are detailed in Sections 5 and 10.

11.1.2 For polyolefins with a MFR of 75 or greater using the standard die (See 5.3), an alternate die can be used to reduce the flow rate of these materials and improve the reproducibility of results. The alternate die dimensions shall be: Height 3.985

$\pm$  0.025 mm; bore diameter 1.048  $\pm$  0.005 mm. No spacer shall be used with this die. Bore and finish requirements are the same as 5.3.

11.1.3 For calibration of the temperature indicating device, 5.5.2 shall be used with the variation that temperatures are

measured at 14 ± 1 mm and at a nominal 79 mm above the upper surface of the die.

11.1.4 If a thermometer as described in 5.7 is used to indicate temperature, it can be used to monitor indirectly the temperature of the material 14 mm above the upper surface of the die and may be calibrated via 11.1.3.

## 11.2 Procedure:

11.2.1 Use procedure described in 10.2 with the exception that the die diameter and tolerances are given in 11.1.2.

## 12. Calculation (Procedures B and C)

12.1 Calculate the flow rate in grams per 10 min or volume rate in cm<sup>3</sup> per 10 min as follows (see Note 24):

$$\text{Flow rate} \leq \frac{426 \pm L \pm 3}{d \cdot t}$$

or

$$\text{Volume rate} \leq \frac{426 \pm L \pm 3}{t}$$

where:

$L$  = length of calibrated piston travel, cm,

$d$  = density of resin at test temperature, g/cm<sup>3</sup> (see reference under Table 2),

$t$  = time of piston travel for length  $L$ , s, and

426 = mean of areas of piston and cylinder ± 600.

NOTE 27—Factors that may be substituted in the following equation are given for some materials in Table 3.

$$\text{Flow rate, g/10 min} \leq F/t$$

where:

$F$  = factor from Table 3, and

$t$  = time of piston travel for length  $L$ , s.

12.2 Agreement between Procedures A and B may be optimized if an average melt density for a particular type of material is determined with the actual equipment used and that value is substituted into the equation given in 12.1.

## 13. Report

13.1 Report the following information:

13.1.1 Statement indicating the nature and physical form of the material charged to the cylinder.

13.1.2 Temperature and load at which the test is run shall be reported. The results and test conditions can be referred to as FR-condition, where the standard designation for the condition from Table 1 is shown (for example: FR-190/2.16).

NOTE 28—It has become customary to refer to the flow rate of polyethylene as “melt index” when obtained under Condition 190/2.16. However, for all other materials the use of melt index or any term other than “flow rate” is discouraged, regardless of the condition used.

13.1.3 Flow rate reported as the rate of extrusion in grams per 10 min or volume rate in cm<sup>3</sup> per 10 min.

13.1.4 Procedure used (A, B, or C).

13.1.5 Any unusual behavior of the test specimen such as discoloration, sticking, extrudate surface irregularity or roughness, etc.

13.1.6 Details of conditioning, if any.

## 14. Precision and Bias (Procedures A, B, and C)

### 14.1 Precision:

14.1.1 Tables 4 and 5 are based on a round robin<sup>6</sup> conducted in 1986 and 1987, involving polypropylene, polyethylene, polystyrene, polycarbonate and acrylic materials. Tables 6 and

7 are based on a round robin<sup>7</sup> completed in 1997 involving low and high density polyethylene, polypropylene, polystyrene, polycarbonate, PMMA, and acetal. The number of participating laboratories is shown for each material. Data for Tables 4 and 5 were generated through each lab testing two specimens for each material on three different days, while data for Tables

6 and 7 were generated through each lab testing two specimens for each material on two different days. The analysis in Practice E 691 is based on a test result being the average of two specimens.

14.1.2 Table 8 is based on a round robin<sup>8</sup> conducted in 1980 using Procedure B. Four polypropylene samples having flow

<sup>6</sup> Supporting data are available from ASTM Headquarters. Request RR: D20-1164.

<sup>7</sup> Supporting data are available from ASTM Headquarters.

<sup>8</sup> Supporting data are available from ASTM Headquarters. Request RR: D20-1124.

TABLE 4 Precision, Procedure A (Values in g/10 min)

Material	Condition	Average	S <sup>A</sup> <sub>r</sub>	S <sup>B</sup> <sub>R</sub>	I <sup>C</sup> <sub>r</sub>	I <sup>D</sup> <sub>R</sub>	Number of Laboratories
Polyethylene	190/2.16	0.27	0.008	0.022	0.023	0.063	9
Polyethylene	190/2.16	0.40	0.012	0.038	0.035	0.108	9
Polyethylene	190/2.16	2.04	0.026	0.079	0.073	0.224	9
Polyethylene	190/2.16	44.1	0.919	1.232	2.560	3.486	7
Polypropylene	230/2.16	2.23	0.106	0.226	0.299	0.639	9
Polypropylene	230/2.16	7.09	0.222	0.471	0.627	1.331	9
Polypropylene	230/2.16	32.8	0.581	1.051	1.644	2.974	9
Polystyrene	200/5	1.67	0.024	0.122	0.068	0.344	6
Polystyrene	200/5	8.82	0.190	0.667	0.538	1.886	6
Polystyrene	200/5	13.3	0.305	0.925	0.864	2.617	6
Polycarbonate	300/1.2	2.41	0.076	0.115	0.215	0.326	4
Polycarbonate	300/1.2	10.5	0.429	0.647	1.215	1.830	4
Polycarbonate	300/1.2	16.2	0.155	1.109	0.438	3.140	4
Acrylic	230/3.8	2.59	0.051	0.051	0.145	0.145	3

<sup>A</sup> S<sub>r</sub> = within-laboratory standard deviation of the average.

<sup>B</sup> S<sub>R</sub> = between-laboratories standard deviation of the average.

<sup>C</sup> I<sub>r</sub> = 2.83 S<sub>r</sub>, and

<sup>D</sup> I<sub>R</sub> = 2.83 S<sub>R</sub>.



TABLE 5 Precision, Procedure B (Values in g/10 min)

Material	Condition	Average	$S_r^A$	$S_R^B$	$I_r^C$	$R^D$	Number of Laboratories
Polyethylene	190/2.16	0.27	0.009	0.014	0.026	0.039	8
Polyethylene	190/2.16	0.40	0.016	0.027	0.045	0.076	8
Polyethylene	190/2.16	2.04	0.040	0.094	0.112	0.266	9
Polyethylene	190/2.16	43.7	0.997	1.924	2.819	5.443	8
Polypropylene	230/2.16	2.25	0.052	0.214	0.1466	0.604	8
Polypropylene	230/2.16	7.16	0.143	0.589	0.4051	1.666	8
Polypropylene	230/2.16	32.6	0.693	0.945	1.959	2.672	8
Polystyrene	200/5	1.65	0.037	0.166	0.106	0.470	4
Polystyrene	200/5	8.39	0.144	0.423	0.406	1.197	4
Polystyrene	200/5	13.0	0.108	0.387	0.306	1.097	4

<sup>A</sup>  $S_r$  = within-laboratory standard deviation of the average.

<sup>B</sup>  $S_R$  = between-laboratories standard deviation of the average.

<sup>C</sup>  $I_r = 2.83 S_r$ , and

<sup>D</sup>  $I_R = 2.83 S_R$ .

TABLE 6 Precision, Procedure A (Values in g/10 min)

Material	Condition	Average	$S_r^A$	$S_R^B$	$r_C$	$R^D$	Number of Labs
PMMA	230/3.8	1.51	0.013	0.086	0.037	0.242	7
LDPE	190/2.16	1.74	0.027	0.052	0.075	0.144	11
Polystyrene	200/5.0	1.86	0.040	0.085	0.112	0.238	9
HDPE	190/2.16	5.35	0.049	0.103	0.137	0.288	11
Polypropylene	230/2.16	10.94	0.088	0.473	0.247	1.324	10
Polycarbonate	300/1.2	13.59	0.109	0.233	0.305	0.653	4 <sup>E</sup>
Acetal	190/2.16	25.30	0.235	0.571	0.658	1.599	7

<sup>A</sup>  $S_r$  = within-laboratory standard deviation of the average.

<sup>B</sup>  $S_R$  = between-laboratories standard deviation of the average.

<sup>C</sup>  $r = 2.83 S_r$ .

<sup>D</sup>  $R = 2.83 S_R$ .

<sup>E</sup> Insufficient laboratories to meet Practice E 691.

TABLE 7 Precision, Procedure B (Values in g/10 min)

Material	Condition	Average	$S_r^A$	$S_R^B$	$r_C$	$R^D$	Number of Labs
PMMA	230/3.8	1.54	0.026	0.102	0.072	0.286	6
LDPE	190/2.16	1.76	0.015	0.053	0.042	0.149	11
Polystyrene	200/5.0	1.89	0.042	0.102	0.117	0.285	7
HDPE	190/2.16	5.41	0.041	0.113	0.114	0.316	10
Polypropylene	230/2.16	10.96	0.357	0.491	0.999	1.376	10
Polycarbonate	300/1.2	13.79	0.104	0.477	0.292	1.335	3 <sup>E</sup>
Acetal	190/2.16	25.64	0.182	0.822	0.508	2.302	6

<sup>A</sup>  $S_r$  = within-laboratory standard deviation of the average.

<sup>B</sup>  $S_R$  = between-laboratories standard deviation of the average.

<sup>C</sup>  $r = 2.83 S_r$ .

<sup>D</sup>  $R = 2.83 S_R$ .

<sup>E</sup> Insufficient laboratories to meet Practice E 691.

**TABLE 8 Precision, Procedure B (Values in g/10 min)**

Material	Condition	Average	$S_{rA}$	$S_{RB}$	$I_{rC}$	$I_{rD}$
Polypropylene	230/2.16	245	13.2	16.6	37.4	46.9
Polypropylene	230/2.16	482	31.8	40.0	89.9	113
Polypropylene	230/2.16	837	20.9	58.6	59.1	166
Polypropylene	230/2.16	1603	129	243	365	688

<sup>A</sup>  $S_r$  = within-laboratory standard deviation of the average.

<sup>B</sup>  $S_R$  = between-laboratories standard deviation of the average.

<sup>C</sup>  $I_r = 2.83 S_r$ , and

<sup>D</sup>  $I_R = 2.83 S_R$ .

rates from 250 to 1500 were tested in nine laboratories.

**Warning**—The following explanations of  $I_r$  and  $I_R$  (14.1.4-14.1.6) are only intended to present a meaningful way of considering the approximate precision of this test method. The data in Tables 4-8 should not be vigorously applied to acceptance or rejection of material since those data are specific

to the round robin and may not be representative of other lots, conditions, materials or laboratories. Users of this test method

should apply the principles outlined in Practice E 691 to generate data specific to their laboratory and materials. The principles of 14.1.4-14.1.7 would then be valid for such data.

14.1.3 Table 9 is based on a round robin conducted in 1999 on Procedure C. Data for seven of the eight participating

**TABLE 9 Precision Data for High Melt Flow Polyolefins**

Procedure C (Values in g/10 min)					
Materials <sup>A</sup>	Average	$S_r$	$S_R$	$r$	$R$
PE-A (35)	4.67	0.068	0.119	0.191	0.334
PE-B (185)	24.30	0.688	1.168	1.928	3.270
PE-C (2350)	315.7	10.81	19.89	30.27	55.69
PE-D (122)	16.20	0.188	0.348	0.526	0.975

<sup>A</sup>Numbers in parentheses are approximate melt flow rate values of materials using standard die (5.3).

laboratories were included in the statistics for this table. Four polyethylene materials were tested with melt flow rates using the standard die ranging from approximately 35 to 2350 g/10 min using the half-height, half-diameter die.

14.1.4 *Concept of  $I_r$  and  $I_R$* —Relevant if  $S_r$  and  $S_R$  have been calculated from a large enough body of data, and if test results are averages obtained from testing two specimens.

14.1.5 *Repeatability,  $I_r$* —In comparing two test results for the same material, obtained by the same operator using the same equipment on the same day, the two test results should be judged not equivalent if they differ by more than the  $I_r$  value for that material.

14.1.6 *Reproducibility,  $I_R$* — In comparing two test results for the same material, obtained by different operators using

different equipment on different days, the two test results should be judged not equivalent if they differ by more than the  $I_R$  value for that material.

14.1.7 Any judgment in accordance with 14.1.4 and 14.1.6 would have an approximate 95 % (0.95) probability of being correct.

14.2 *Bias*—There are no recognized standards by which to estimate bias of this test method.

## 15. Keywords

15.1 melt flow rate; melt index; volume flow rate

## APPENDIXES

(Nonmandatory Information)

### X1. EXTRUSION PLASTOMETER BORE ALIGNMENT

X1.1 A fixture consisting of a circular level mounted on a shaft having two bearing points  $9.47 + 0.00 - 0.0076$  mm in diameter that can be inserted into the bore has been found suitable. A circular level that can be rigidly mounted on the

piston rod for insertion into the bore may also be satisfactory. A circular level having a sensitivity of 20 min/2.5 mm has been found satisfactory. Other alignment techniques that give comparable alignment sensitivity would be considered satisfactory.

### X2. TROUBLESHOOTING GUIDE

#### INTRODUCTION

Appendix X2 is offered in an effort to help a laboratory improve melt flow rate testing and to get to the root cause of problems which may be caused by equipment, environment, or testing technique. This guide is not meant to be an all-inclusive trouble-shooting check list, but merely tries to help users to evaluate testing to some degree.

#### X2.1 Basic Programs

X2.1.1 The following are basic programs in which all laboratories should participate:

X2.1.1.1 *Standard Reference Materials*—If available, SRMs can usually be obtained from NIST. These SRMs provide accurate information on the melt flow rate of these materials. However, these SRMs are expensive and are available for a very limited number of materials.

X2.1.1.2 *Internal Controls*—An internal control for each type of material should be set up. This involves setting aside enough material to last a long time (at least one year). These materials will have to be tested many times to establish statistical parameters. Each time an internal standard is run, the results should be plotted on a SQC chart so that any problems or trends can be detected quickly. A SQC chart should be set up for each extrusion plastometer in the laboratory. A replacement standard should be introduced before the old standard runs out and should be compared to the old standard to ensure that any shifts seen in the SQC chart are due to the material and not to the equipment.

X2.1.1.3 *Proficiency Tests*—Participation in proficiency test programs is important for demonstrating how the laboratory's results compare with other laboratories. Over a period of time, laboratory bias can be demonstrated, if bias exists.

X2.1.1.4 *ASTM Round Robins (Interlaboratory Tests)*—These programs are similar to proficiency test programs but are limited to only a few laboratories and a few materials. However, these programs do provide information on how well the laboratory performs the test.

X2.1.1.5 *Calibration, Verification, and Maintenance*—The extrusion plastometer should be calibrated. Proper maintenance of the instrument will help to ensure proper calibration.

(1) As a first step to obtaining reproducible results, operators should be well trained. Using internal standards can demonstrate that repeatable results can be provided. The operators should also understand the test and know what can affect the results.

(2) Before starting the test, the following should be verified:

(a) The protocol is understood by the operator.

(b) The barrel, piston, and die orifice have been properly cleaned.



(c) The extrusion plastometer, including the piston and die, are at equilibrium at the proper temperature.

(d) The extrusion plastometer is level.

(e) A standard has been run and the results fall within established parameters.

(3) When a problem arises, the following questions should be asked:

(a) Did anything unusual happen?

(b) Does the extrudate contain air bubbles?

(c) Were the proper weights applied?

(d) Is the unit at the proper temperature?

(e) Was the piston stored in the barrel?

(f) Is the die damaged, that is, chipped?

(g) Is the die bore worn, that is, the diameter is larger than the maximum specified?

(h) Was the proper amount of material used?

(i) Has the balance been properly calibrated?

(j) Was the proper purge time used?

(k) Was the plug pulled at the proper time?

(l) Was the correct warm-up time used?

(m) Was the barrel cleaned properly?

(n) Is the piston rod straight?

(o) Is the piston tip diameter OK?

**X2.2.4 Temperature in the Barrel**—Melt flow rates are very dependent on temperature. The temperature within the barrel is the only important temperature. Temperature indicators must be calibrated to the temperature within the barrel. High flow rates will result from high temperatures and low flow rates from low temperatures. Defective heaters may be difficult to detect and can cause variable results.

**X2.2.5 Preheat Time**—Proper preheat time is required to allow the material in the barrel to fully melt and to come to temperature equilibrium throughout the barrel. If material is not fully melted, die plugging and low melt flow rates can

## X2.2 Understanding How Melt Flow Rate is Affected

**X2.2.1 Levelness of the Instrument**—The piston must be free to move in a vertical position. If the instrument is not level, the piston can be slowed by friction as it touches the side of the barrel. This will not only introduce an error into the results but may also scratch the barrel. The piston must move in an exact vertical plane, indicated by a small bubble level that should be placed on the top of the barrel or on the top of the piston when placed in the barrel. The level should be checked on a regular schedule.

**X2.2.2 Die Orifice Diameter**—An undersized die orifice (which can result from a buildup of residue) will cause low results. Conversely, an oversized orifice (which can result from wear) will cause high results. It is important that the die orifice be cleaned after each test and that the die orifice diameter be verified frequently using a calibrated go/no-go gage. Remember, the calibrated pin gage can also wear and the diameter should be verified regularly.

**X2.2.3 Die Cleanliness**—The die should be completely cleaned after each test. Any residue left in the orifice will eventually char and be very difficult, if not impossible, to clean. Buildup of material will reduce the diameter of the die and change the surface smoothness, resulting in erroneous results.

result. If not at temperature equilibrium, the melt flow rate will change as the test is conducted.

X2.2.5.1 It is important that the die and piston be at temperature equilibrium with the rest of the system before any sample is introduced into the barrel. If the piston and die are not at temperature, the large mass of metal involved must be heated to temperature during testing and the energy required may not allow the polymer to reach thermal equilibrium. This can result in erroneous data.

X2.2.6 *Barrel Condition*—The barrel should be properly cleaned after each test. Failure to do so can result in contamination of the next sample, and buildup and degradation of material in the barrel, resulting in a decrease in the diameter of the barrel. This can cause friction with the piston tip resulting in low melt flow rates.

X2.2.6.1 Frequently overlooked is the condition of the barrel itself. In addition to being clean, the barrel wall must be smooth and of the proper diameter. The inside diameter of the barrel is as important as the diameter of the die orifice. The barrel diameter should be measured regularly, and changed if so indicated. The melt flow rate is a function of the fourth power of the barrel diameter.

X2.2.7 *Piston Parameters*—The diameter of the piston foot should be checked. If it is worn, material can flow back past the tip. This would result in erroneous data.

X2.2.7.1 The piston tip, or foot, is sometimes screwed into the end of the piston and can be changed easily. However, because it is easily unscrewed, it can work itself loose. The piston tip must be checked frequently and kept tightly screwed into the piston.

X2.2.7.2 Care must be taken not to bend a piston. Even a slight, almost non-detectable curvature in the piston can result in the force not being applied directly to the vertical position, resulting in excessive pressure on the wall of the barrel. This will cause low results and can also scratch the barrel wall.

X2.2.7.3 The piston has two reference marks. The lower scribe mark on the piston must be at the reference start position (top of the guide ring or barrel) at  $7.0 \pm 0.5$  min, as stated in

9.8 and 10.2.10. Starting each test at a different position can give variable results.

X2.2.8 *Sample Mass*—Small variations in sample mass can cause significant variability in melt flow rates. Any balance used to weigh the sample should be calibrated and verified on a regular schedule.

X2.2.9 *Moisture in Sample*—Samples should be dried before testing. Some materials may be affected more than others by moisture. However, the presence of moisture during the test, in general, will affect the melt flow rates of most materials.

X2.2.10 *Sample Purge Time*—Purging material from the barrel before the actual test starts serves two primary functions: (1) to expel entrapped air or volatiles before applying the full test load, and (2) to move the lower scribe mark on the piston

to the reference start position. For flow rate consistency, it is important that the extrudate be free of voids and that the test always starts with the piston in the same position in the barrel. Whether in the extrudate for Procedure A or in the barrel for Procedure B, voids will affect test results.

X2.2.11 *Load Weight*—The actual weight (load) applied to the material during the test will affect the test results. Higher weights will produce higher results. The load weight, which includes the piston weight, should be verified at regular intervals.

X2.2.12 *Extrudate Cut Technique*—It is important that good extrudate cutting technique be developed. A sharp, clean tool should always be used for this operation. The timing of the cut is critical since a shorter than target cut time will produce low results and a longer than target cut time will give high results. The timing intervals should be verified with certified timers. When cut, the extrudate end should not be ragged or stringy. These variables, if not controlled, can cause poor reproducibility of test results.

X2.2.13 *Purging*—Purging the barrel between runs or when changing materials is sometimes necessary. Purging with the same material which will be tested after the purge is best. However, if for some reason another purge material is used, run the test material through the barrel before the actual test run in order to ensure that the purge material is no longer in the barrel.

X2.2.13.1 Purging does not replace cleaning. After purging, the equipment must be cleaned properly to avoid the effects of contamination, resin buildup, and so forth, as discussed previously.

X2.2.14 *Melt Density*—It is important that the correct melt density be used, that is, 0.7636 g/cm<sup>3</sup> for PE at 190°C and

0.7386 g/cm<sup>3</sup> for PP at 230°C. These values may be different for copolymers or when additives are incorporated into the resin. Small errors in these values can affect the end results. If not known, the melt density can be determined as described at the end of Footnote A of Table 2.

X2.2.15 *Piston (Flag) Travel Distance*—The setting of the proper piston travel distance (6.35  $\pm$  0.25 mm for MFRs up to 10 g/10 min and 25.40  $\pm$  0.25 mm for MFRs greater than 10 g/10 min) is important in Procedure B. The reproducibility of Procedure B is better if these parameters are strictly adhered to. A calibrated distance verification device will be required to maintain the proper piston travel.

X2.2.16 *Calculation Factors*—When trouble shooting, always check the calculations and the factors used.

X2.2.17 *Power (Electrical) Fluctuation*—Constant power (voltage) is important to maintain the temperature desired. Periodic changes in voltage will cause changes in the temperature of the unit, creating test values that fluctuate because of inconsistent sample temperatures. Though this is a rare situation, this fluctuation has been found to cause erratic test results.

## REFERENCES

- (1) "Polyethylene Insulation and Sheathing for Electrical Cables," *Government Department Electrical Specification No. 27*, Great Britain, 1950.
- (2) Tordella, J. P., and Jolly, R. E., "Melt Flow of Polyethylene," *Modern Plastics*, Vol 31, No. 2, 1953, p. 146.
- (3) Dexter, F. D., "Plasticity Grading of Fluorothenes," *Modern Plastics*, Vol 30, No. 8, 1953, p. 125.
- (4) Harban, A. A., and McClamery, R. M., "Limitations on Measuring Melt Flow Rates of Polyethylene and Ethylene Copolymers by Extrusion Plastometer," *Materials Research and Standards*, Vol 3, No. 11, 1963, p. 906.
- (5) Rudin, A., and Schreiber, H. P., "Factors in Melt Indexing of Polyolefins," *SPE Journal*, Vol 20, No. 6, 1964, p. 533.

## SUMMARY OF CHANGES

This section identifies the location of selected changes to this test method. For the convenience of the user, Committee D20 has highlighted those changes that may impact the use of this test method. This section may also include descriptions of the changes or reasons for the changes, or both.

D 1238 – 04:

(1) Editorially added sulfone plastic melt flow rate conditions as found in Specification D 6394 for Sulfone Plastics (SP).

(2) Additional melt flow rate conditions for polyether sulfone and polyphenylsulfone placed in 8.2.

*D 1238 – 01:*

(1) Procedure C for high flow polyolefins including precision data for the procedure, as well as Table 9 in Section 14 was added.

*D 1238 – 00:*

(1) Added Appendix X2, Troubleshooting Guide.

*D 1238-99:*

(1) Revised title to include the word “melt.”

(2) Added conditions for polycaprolactone to 8.2 and Table 1.

(3) In Note 21, replaced “melt indexer” with “extrusion plastometer.”

(4) In Note 25, replaced incorrect reference to 10.2.9 with 10.2.8.

(5) Editorially corrected equation in Footnote A of Table 2.

*D 1238-98:*

(1) Revision to Section 14.



ASTM International takes no position respecting the validity of any patent rights asserted in connection with any item mentioned in this standard. Users of this standard are expressly advised that determination of the validity of any such patent rights, and the risk of infringement of such rights, are entirely their own responsibility.

This standard is subject to revision at any time by the responsible technical committee and must be reviewed every five years and if not revised, either reapproved or withdrawn. Your comments are invited either for revision of this standard or for additional standards and should be addressed to ASTM International Headquarters. Your comments will receive careful consideration at a meeting of the responsible technical committee, which you may attend. If you feel that your comments have not received a fair hearing you should make your views known to the ASTM Committee on Standards, at the address shown below.

This standard is copyrighted by ASTM International, 100 Barr Harbor Drive, PO Box C700, West Conshohocken, PA 19428-2959, United States. Individual reprints (single or multiple copies) of this standard may be obtained by contacting ASTM at the above address or at 610-832-9585 (phone), 610-832-9555 (fax), or [service@astm.org](mailto:service@astm.org) (e-mail); or through the ASTM website ([www.astm.org](http://www.astm.org)).



Information Handling Services,

# ANEXO 3



Information Handling Services,

## Standard Test Method for Rubber Property-Durometer Hardness<sup>1</sup>

This standard is issued under the fixed designation D 2240; the number immediately following the designation indicates the year of original adoption or, in the case of revision, the year of last revision. A number in parentheses indicates the year of last reapproval. A superscript epsilon (ε) indicates an editorial change since the last revision or reapproval.

ε1 NOTE-A footnote was removed from Note 5 in February 1999.

### 1. Scope

1.1 This test method covers seven types of durometers A, B, C, D, DO, O and OO, and the procedure for determining indentation hardness of substances classified as rubber, cellular materials, elastomeric materials, thermoplastic elastomers and some hard plastics.

1.2 This test method is not applicable to the testing of fabrics.

1.3 The values stated in SI units are to be regarded as standard. The values given in parentheses are for information only.

1.4 This standard does not purport to address all of the safety concerns, if any, associated with its use. It is the responsibility of the user of this standard to establish appropriate safety and health practices and determine the applicability of regulatory limitations prior to use.

### 2. Referenced Documents

#### 2.1 ASTM Standards:

- D 618 Practice for Conditioning Plastics for Testing
- D 785 Test Method for Rockwell Hardness of Plastics and Electrical Insulating Materials
- D 1349 Practice for Rubber-Standard Temperatures For Testing
- D 4483 Practice for Determining Precision for Test Method Standards in the Rubber and Carbon Black Industries

### 3. Summary of Test Method

type of indenter when forced into the material under specified conditions. The indentation hardness is inversely related to the penetration and is dependent on the elastic modulus and viscoelastic behavior of the material. The shape of the indenter and the applied force influence the results obtained so there may be no simple relationship between the results obtained with one type of durometer and those obtained with another type of durometer or other instruments for measuring hardness. This test method is an empirical test intended primarily for control purposes. No simple relationship is known to exist between indentation hardness determined by this test method and any fundamental property of the material tested. For specification purposes it is recommended that Test Method D 785 be used for hard material.

NOTE 2-Durometer scale comparison chart only. This is not and cannot be used as a conversion reference.

Type A	10 20 30 40 50 60 70 80 90 100
Type B	10 20 30 40 50 60 70 80 90 100
Type C	10 20 30 40 50 60 70 80 90 100
Type D	10 20 30 40 50 60 70 80 90 100
Type O	10 20 30 40 50 60 70 80 90 100

3.1 This test method permits hardness measurements based on either initial indentation or indentation after a specified period of time, or both.

NOTE 1-Durometers with maximum reading pointers used to determine initial hardness values may yield lower hardness when the maximum pointer is used.

### 4. Significance and Use

4.1 This test method is based on the penetration of a specific

Information Handling Services,

<sup>1</sup> This test method is under the jurisdiction of ASTM Committee D-11 on Rubber and is the direct responsibility of Subcommittee D11.01 on Physical Testing.

Current edition approved Feb. 10, 1997. Published March 1997. Originally published as D 2240-64 T. Last previous edition D 2240-95.

<sup>2</sup> *Annual Book of ASTM Standards*, Vol 108.01.

<sup>3</sup> *Annual Book of ASTM Standards*, Vol 109.01.

## 5. Apparatus

5.1 Hardness measuring apparatus or durometer consisting of the following components:

5.1.1 *Presser Foot*, with a hole having a diameter as specified in Fig. 1(a), (b), or (c) with its center at least 6 mm (0.25 in.) from any edge of the foot.

5.1.2 *Indenter*, formed from hardened steel rod and shaped in accordance with Fig. 1(a), (b), or (c) with full extension adjustable between 2.46 to 2.54 mm (0.97 to 0.100 in.),

5.1.3 *Indenter Extension Indicating Device* (analog or electronic), having a scale reading from 0 to 100 with equal divisions throughout the range. The scale reading is an inverse function of the indenter extension. The device shall have a pointer that moves on the scale at a rate of one hardness point for each 0.025 mm (0.001 in.) of indenter movement.

NOTE 3—Type A Shore Durometers serial numbers 1 through 16300 and 16351 through 16900 and Type A-2 Shore Durometers numbers 1 through 8077 do not meet the requirement of 2.46 to 2.54 mm (0.97 to

0.100 in.) extension of the indenter at zero reading. These durometers will give readings which are low by amounts ranging from 3 units at 30



Information Handling Services,

~m)D 2240

specimen may be composed of plied pieces to obtain the necessary thickness, but determinations made on such specimens may not agree with those made on solid specimens because the surface faces between plies may not be in complete contact. The lateral dimensions of the specimen shall be sufficient to permit measurements at least 12 mm (0.5 in.) from any edge unless it is known that identical results are obtained when measurements are made at lesser distance from an edge. The surfaces of the specimen shall be flat and parallel over a sufficient area to permit the presser foot to contact the specimen over an area having a radius of at least 6 mm (0.25

in.) from the indenter point. A suitable hardness determination where  $H$ ; = hardness reading on Type A, B and O durometers.

$$\text{Force, N} = 0.4445 H,$$

where  $H''$  = hardness reading on Type C, O and DO durometers.

$$\text{Force, N} = 0.203 + 0.00908 H_o''$$

where  $H_{oo}$  = hardness reading on Type OO durometers.

FIG. 1 Durometer, Indenter and Spring Force Combinations

(a) Indenter for Type A and e Durometers

(b) Indenter for Type B and O Durometers

77277Z~

(e) Indenter for Type DO, O, and OO Durometers

hardness to 1 unit at 90 hardness.

5.1.4 *Timing Device* (optional), capable of being set to a desired elapsed time, signalling the operator or holding the hardness reading when the desired elapsed time has been reached. The timer should be automatically activated when the presser foot is in firm contact with the specimen being tested.

5.1.5 *Calibrated Spring*, for applying force to the indenter in accordance with Fig. 1.

## 6. Test Specimen

6.1 The test specimen shall be at least 6 mm (0.25 in.) in thickness unless it is known that results equivalent to the 6 mm values are obtained with a thinner specimen (see Note 4), A

NOTE 1-Spring Force Combinations:

$$\text{Force, N} = 0.550 + 0.075 H;$$

Information Handling Services,

cannot be made on a rounded, uneven, or rough surface.

NOTE 4- The minimum requirement for the thickness of the specimen is dependent on the extent of penetration of the indenter into the specimen; that is, thinner specimens may be used for materials having hardness values at the upper end of the scale. The minimum distance from the edge at which measurements may be made likewise decreases as the hardness increases. For materials having hardness values above 50 Type D durometer, the thickness of the specimen should be at least 3 mm (0.12 in.) and measurements should not be made closer than 6 mm (0.25 in.) to any edge.

## 7. Calibration

7.1 The durometer spring shall be calibrated by supporting the durometer in a vertical position and applying a measurable force to the indenter tip (see Fig. 2). The device used to apply the force may be a dead weight or electronic load cell device capable of measuring applied force at 50 % of the calibration tolerance. Care should be taken to ensure that the force is applied vertically to the indenter tip, as side loads will cause errors in calibration. Spring calibration shall be verified on all durometer at scale readings of 20, 30, 40, 50, 60, 70, 80 and 90. The measured force (9.8 X mass in kilograms) shall be equivalent to the force calculated by the equation in Fig. 1. The measured force for Type A, B and O durometers shall be within  $\pm 0.08\%$ . For Type e, D and DO durometers it shall be within

$\pm 0.4\%$ , and for Type OO durometers it shall be within  $\pm 0.02\%$ .

NOTE 5-Instruments specifically designed for the calibration of durometers may be used.

7.2 Indenter extension and shape must be in accordance with 5.1.2. With the durometer placed firmly on a flat surface the indicator should read a number equal to the indenter extension measured in inches X 1000, within  $\pm 0.5$  durometer points.

NOTE 6-When performing the procedure in 7.2 on Type B and D durometers care should be used not to damage the indenter tip

7.3 Test blocks (rubber or spring type) provided for checking durometer operation are not to be relied upon as calibration standards. The calibration procedures outlined in 7.1 and 7.2 are the only valid calibration methods.

## 8. Conditioning

8.1 Tests shall be made at  $23 \pm 2^\circ\text{C}$  ( $73.4 \pm 3.6^\circ\text{F}$ ). For materials whose hardness depends on relative humidity, the specimen shall be conditioned in accordance with Procedure A of Practice D 618 and tested under the same conditions,



FIG. 2 Apparatus for Calibration of Durometer Spring

NOTE7-No conclusive evaluation has been made on durometers at temperatures other than  $23 \pm 2^\circ\text{C}$  ( $73.4 \pm 3.6^\circ\text{F}$ ). Conditioning at temperatures other than the above may show changes in calibration. Durometer use at temperatures other than the above should be decided locally (see Practice D 1349).

## 9. Procedure

9.1 Place the specimen on a hard, horizontal surface. Hold the durometer in a vertical position with the point of the indenter at least 12 mm (0.5 in.) from any edge of the specimen, unless it is known that identical results are obtained when measurements are made with the indenter at a lesser distance. Apply the presser foot to the specimen as rapidly as possible, without shock, keeping the foot parallel to the surface of the specimen. Apply just sufficient pressure to obtain firm contact between presser foot and specimen.

NOTE8-Better repeatability may be obtained by using a mass centered on the axis of the indenter. Recommended masses are 1 kg for Type A, B and O durometers, 5 kg for Type C, D and DO durometers, and 400 g for Type OO durometers. Durometer stands using the masses above as a constant load and a controlled descent speed, without shock, produce maximum repeatability.

9.2 For any material covered in 1.1, after the presser foot is in firm contact with the specimen, the scale reading is to be taken within 1 s or after any period of time agreed upon between supplier and user unless the durometer has a maximum indicator, in which case the maximum reading is taken. The hardness reading may progressively decrease with time delay.

9.3 Make one measurement at each of three or five different points distributed over the specimen at least 6 mm (0.25 in.) apart using the median of these measurements for the hardness value.

NOTE9- The type of durometer should be selected with the knowledge that readings below 10 or above 90 are not considered reliable by the manufacturer. It is suggested that readings in these ranges not be recorded.

## 10. Report

10.1 Report the following information:

10.1.1 Hardness value obtained,

10.1.2 Complete identification of the material tested,

10.1.3 Vulcanization date,

10.1.4 Description of specimen, including thickness and number of pieces plied, if less than 6 mm (0.25 in.),

10.1.5 Temperature of test if other than  $23^\circ\text{C}$ ,

10.1.6 Relative humidity when hardness of material is dependent on humidity,

10.1.7 Type and serial number of durometer,

10.1.8 Indentation hardness time interval at which reading was taken, and

10.1.9 Date of test.

NOTE 10--Readings may be reported in the form: A/45/15 where A is the type of durometer, 45 the reading, and 15 the time in seconds that the pressure foot is in firm contact with the specimen. Similarly, D/60/1 indicates a reading of 60 on the Type D durometer obtained either within 1 s or from a maximum indicator.

## 11. Precision and Bias<sup>4</sup>

11.1 These precision and bias statements have been prepared in accordance with Practice D 4483. Refer to this Practice for terminology and other testing and statistical concepts.

11.2 The Type I precision for both Type A and D methods was determined from an interlaboratory program with three materials of varying hardness, with six participating laboratories. Tests were conducted on two separate days in each laboratory for both A and D testing programs. All materials were supplied from a single source.

11.3 A test result for hardness (both A and D) was the median of five individual hardness readings on each day in each laboratory.

11.4 Table 1 shows the precision results for Type A method. Table 2 gives the precision results for Type D method.

11.5 The precision results in this precision and bias section give an estimate of the precision of this test method with the materials (rubbers) used in the particular interlaboratory program as described above. The precision parameters should not be used for acceptance or rejection testing, or both, of any group of materials without documentation that they are applicable to those particular materials and the specific testing protocols that include this test method.

<sup>4</sup> Supporting data are available from ASTM Headquarters. Request RR:DII-1029.

~M D 2240

TABLE 1 Type 1 Precision- Type A Durometer Method

Material	Average	Within laboratories			Between laboratories		
	level	SrA	re	(r) e	SRO	RE	(R) F
1	51.4	0.646	1.83	3.56	1.56	4.41	8.59
2	65.3	0.878	2.48	3.81	2.14	6.06	9.27
3	68.0	0.433	1.23	1.80	2.28	6.45	9.49
Pooled	61.6	0.677	1.92	3.11	2.018	5.72	9.28

A Sr = repeatability standard deviation, measurement units.

e r = repeatability = 2.83 x Sr, measurement units.

e (r) = repeatability, relative, (that is, in percent).

o SR = reproduceibility standard deviation, measurement units.

e R = reproduceibility = 2.83 x SR, measurement units.

F (R) = reproduceibility, relative, (that is, in percent).

TABLE 2 Type 1 Precision- Type D Durometer Method

Material	Average	Within laboratories			Between laboratories		
	level	SrA	re	(l) e	SRO	RE	(H) F
	42.6	0.316	0.894	2.10	2.82	7.98	18.7
2	54.5	0.791	2.24	4.11	3.54	10.0	18.4
3	82.3	1.01	2.86	3.47	3.54	10.0	12.2
Pooled	59.8	0.762	2.16	3.61	3.32	9.40	15.7

A Sr = repeatability standard deviation, measurement units.

B r = repeatability = 2.83 x Sr, measurement units.

e (l) = repeatability, relative, (that is, in percent).

o SR = reproduceibility standard deviation, measurement units.

e R = reproduceibility = 2.83 x SR, measurement units.

F (R) = reproduceibility, relative, (that is, in percent).

11.6 Precision-The precision of this test method may be expressed in the format of the following statements which use as appropriate value r, R, (r) or (R), that is, that value to be used in decisions about test results (obtained with the test method). The appropriate value is that value of r or R associated with a mean level in Table 1 and Table 2 closest to the mean level under consideration (at any given time, for any given material)

in routine testing operations.

11.6.1 Repeatability- The repeatability, r, of this test method has been established as the appropriate value tabulated in Table 1 and Table 2. Two single test results, obtained under normal test method procedures, that differ by more than this tabulated r (for any given level) must be considered as derived from different or nonidentical sample populations.

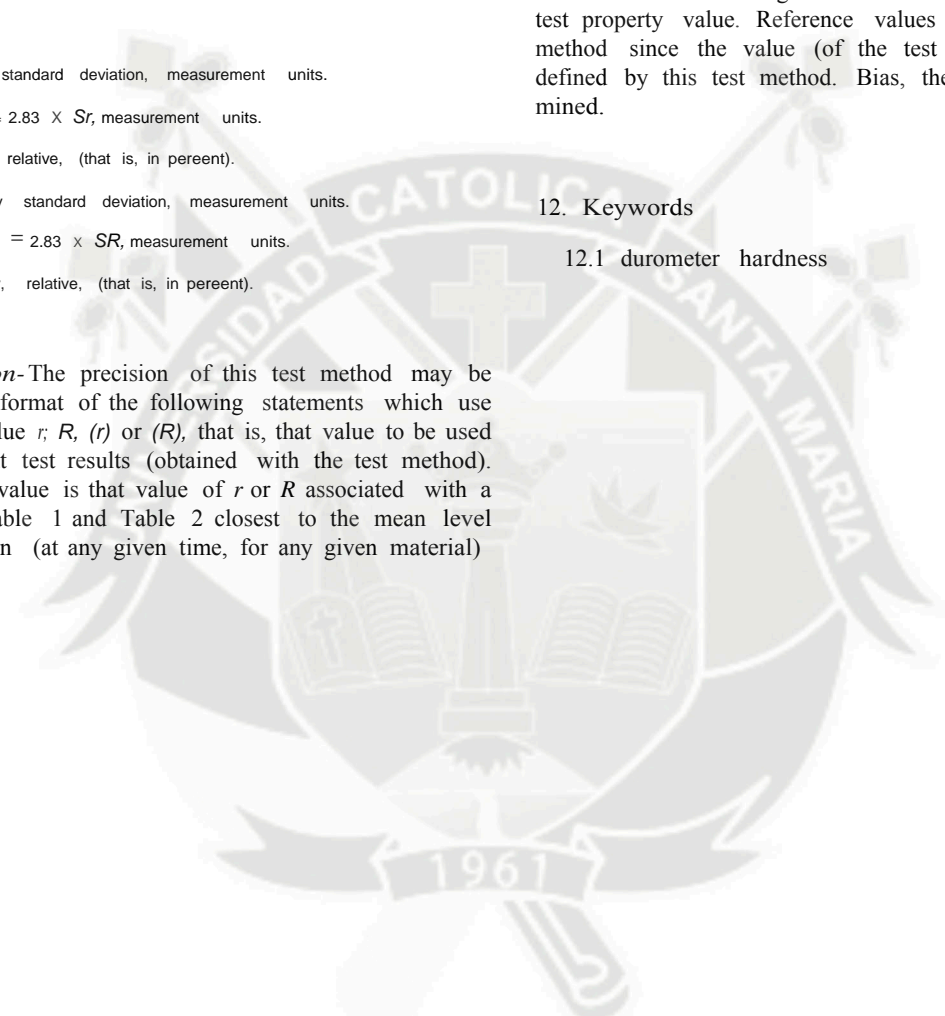
11.6.2 Reproducibility- The reproducibility, R, of this test method has been established as the appropriate value tabulated in Table 1 and Table 2. Two single test results obtained in two different laboratories, under normal test method procedures, that differ by more than the tabulated R (for any given level) must be considered to have come from different or nonidentical sample populations.

11.6.3 Repeatability and reproducibility expressed as a percentage of the mean level, (r) and (R), have equivalent application statements as above for r and R. For the (r) and (R) statements, the difference in the two single test results is expressed as a percentage of the arithmetic mean of the two test results.

11.7 Bias-In test method terminology, bias is the difference between an average test value and the reference (or true) test property value. Reference values do not exist for this test method since the value (of the test property) is exclusively defined by this test method. Bias, therefore, cannot be determined.

12. Keywords

12.1 durometer hardness



*The American Society for Testing and Materials takes no position respecting the validity of any patent rights asserted in connection with any item mentioned in this standard. Users of this standard are expressly advised that determination of the validity of any such patent rights, and the risk of infringement of such rights, are entirely their own responsibility.*

*This standard is subject to revision at any time by the responsible technical committee and must be reviewed every five years and if not revised, either reapproved or withdrawn. Your comments are invited either for revision of this standard or for additional standards and should be addressed to ASTM Headquarters. Your comments will receive careful consideration at a meeting of the responsible technical committee, which you may attend. If you feel that your comments have not received a fair hearing you should make your views known to the ASTM Committee on Standards, 100 Barr Harbor Drive, West Conshohocken, PA 19380.*





# ANEXO 4

Designation: D7264/D7264M – 07

Standard Test Method for  
Flexural Properties of Polymer Matrix Composite Materials<sup>1</sup>

## 1. Scope

1.1 This test method determines the flexural stiffness and strength properties of polymer matrix composites.

1.1.1 *Procedure A*—A three-point loading system utilizing center loading on a simply supported beam.

1.1.2 *Procedure B*—A four-point loading system utilizing two load points equally spaced from their adjacent support points, with a distance between load points of one-half of the support span.

NOTE 1—Unlike Test Method D6272, which allows loading at both one-third and one-half of the support span, in order to standardize geometry and simplify calculations this standard permits loading at only one-half the support span.

1.2 For comparison purposes, tests may be conducted according to either test procedure, provided that the same procedure is used for all tests, since the two procedures generally give slightly different property values.

1.3 The values stated in either SI units or inch-pound units are to be regarded separately as standard. Within the text, the inch-pound units are shown in brackets. The values stated in each system are not exact equivalents; therefore, each system must be used independently of the other. Combining values from the two systems may result in nonconformance with the standard.

1.4 *This standard does not purport to address all of the safety concerns, if any, associated with its use. It is the responsibility of the user of this standard to establish appropriate safety and health practices and determine the applicability of regulatory limitations prior to use.*

## 2. Referenced Documents

### 2.1 ASTM Standards:<sup>2</sup>

D790 Test Methods for Flexural Properties of Unreinforced and Reinforced Plastics and Electrical Insulating Materials

<sup>1</sup> This test method is under the jurisdiction of ASTM Committee D30 on Composite Materials and is the direct responsibility of Subcommittee D30.04 on Lamina and Laminate Test Methods.

Current edition approved April 1, 2007. Published April 2007. Originally approved in 2006. Last previous edition approved in 2006 as D7264/D7264M – 06. DOI: 10.1520/D7264\_D7264M-07.

<sup>2</sup> For referenced ASTM standards, visit the ASTM website, www.astm.org, or contact ASTM Customer Service at service@astm.org. For *Annual Book of ASTM Standards* volume information, refer to the standard's Document Summary page on the ASTM website.

D2344/D2344M Test Method for Short-Beam Strength of

Polymer Matrix Composite Materials and Their Laminates

D3878 Terminology for Composite Materials

D5229/D5229M Test Method for Moisture Absorption

Properties and Equilibrium Conditioning of Polymer Matrix Composite Materials

D5687/D5687M Guide for Preparation of Flat Composite Panels with Processing Guidelines for Specimen Preparation

D6272 Test Method for Flexural Properties of Unreinforced and Reinforced Plastics and Electrical Insulating Materials by Four-Point Bending

D6856 Guide for Testing Fabric-Reinforced “Textile” Composite Materials

E4 Practices for Force Verification of Testing Machines

E6 Terminology Relating to Methods of Mechanical Testing

E18 Test Methods for Rockwell Hardness of Metallic Materials

E122 Practice for Calculating Sample Size to Estimate, With Specified Precision, the Average for a Characteristic of a Lot or Process

E177 Practice for Use of the Terms Precision and Bias in ASTM Test Methods

E456 Terminology Relating to Quality and Statistics

E1309 Guide for Identification of Fiber-Reinforced Polymer-Matrix Composite Materials in Databases

E1434 Guide for Recording Mechanical Test Data of Fiber-Reinforced Composite Materials in Databases

### 2.2 Other Documents:

ANSI Y14.5-1999 Dimensioning and Tolerancing—Includes Inch and Metric<sup>3</sup>

ANSI B46.1-1995 Surface Texture (Surface Roughness, Waviness and Lay)<sup>3</sup>

## 3. Terminology

3.1 *Definitions*—Terminology D3878 defines the terms relating to high-modulus fibers and their composites. Terminology E6 defines terms relating to mechanical testing. Terminology E456 and Practice E177 define terms relating to statistics. In the event of a conflict between terms, Terminology D3878 shall have precedence over the other documents.



3.2 Definitions of Terms Specific to This Standard:

3.2.1 flexural strength,  $n$ —the maximum stress at the outer surface of a flexure test specimen corresponding to the peak applied force prior to flexural failure.

3.2.2 flexural modulus,  $n$ —the ratio of stress range to corresponding strain range for a test specimen loaded in flexure.

3.3 Symbols:

$b$  = specimen width

$CV$  = sample coefficient of variation, in percent

$E_f^{chord}$  = flexural chord modulus of elasticity

$E_f^{secant}$  = flexural secant modulus of elasticity

$h$  = specimen thickness

$L$  = support span

$m$  = slope of the secant of the load-deflection curve

$n$  = number of specimens

$P$  = applied force

$s_{n-1}$  = sample standard deviation

$x_i$  = measured or derived property

$\bar{x}$  = sample mean

$d$  = mid-span deflection of the specimen

$\epsilon$  = strain at the outer surface at mid-span of the specimen

$s$  = stress at the outer surface at mid-span of the specimen

mum flexural stress is uniform between the central force application members. In the three-point configuration, the maximum flexural stress is located directly under the center

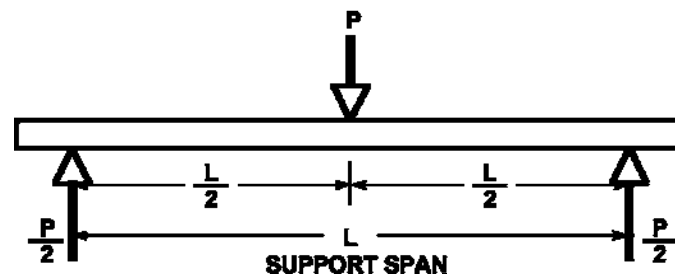


FIG. 1 Procedure A—Loading Diagram

4. Summary of Test Method

4.1 A bar of rectangular cross section, supported as a beam, is deflected at a constant rate as follows:

4.1.1 Procedure A—The bar rests on two supports and is loaded by means of a loading nose midway between the supports (see Fig. 1).

4.1.2 Procedure B—The bar rests on two supports and is loaded at two points (by means of two loading noses), each an equal distance from the adjacent support point. The distance between the loading noses (that is, the load span) is one-half of the support span (see Fig. 2).

4.2 Force applied to the specimen and resulting specimen deflection at the center of span are measured and recorded until the failure occurs on either one of the outer surfaces, or the deformation reaches some pre-determined value.

4.3 The major difference between four-point and three-point loading configurations is the location of maximum bending moment and maximum flexural stress. With the four-point configuration the bending moment is constant between the central force application members. Consequently, the maxi-

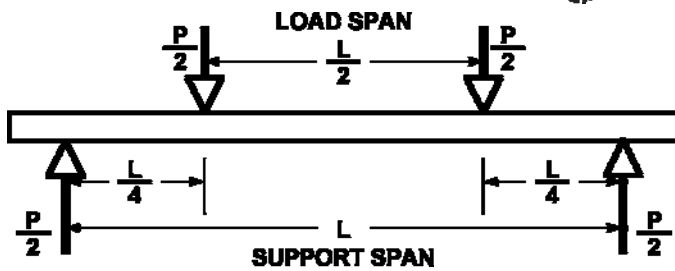


FIG. 2 Procedure B—Loading Diagram

6.1 Flexural properties may vary depending on which surface of the specimen is in compression, as no laminate is perfectly symmetric (even when full symmetry is intended); such differences will shift the neutral axis and will be further affected by even modest asymmetry in the laminate. Flexural properties may also vary with specimen thickness, conditioning and/or testing environments, and rate of straining. When evaluating several datasets these parameters should be equivalent for all data in the comparison.

force application member. Another difference between the three-point and four-point configurations is the presence of resultant vertical shear force in the three-point configuration everywhere in the beam except right under the mid-point force application member whereas in the four-point configuration, the area between the central force application members has no resultant vertical shear force. The distance between the outer support members is the same as in the equivalent three-point configuration.

4.4 The test geometry is chosen to limit out-of-plane shear deformations and avoid the type of short beam failure modes that are interrogated in Test Method [D2344/D2344M](#).

## 5. Significance and Use

5.1 This test method determines the flexural properties (including strength, stiffness, and load/deflection behavior) of polymer matrix composite materials under the conditions defined. Procedure A is used for three-point loading and Procedure B is used for four-point loading. This test method was developed for optimum use with continuous-fiber-reinforced polymer matrix composites and differs in several respects from other flexure methods, including the use of a standard span-to-thickness ratio of 32:1 versus the 16:1 ratio used by Test Methods [D790](#) (a plastics-focused method covering three-point flexure) and [D6272](#) (a plastics-focused method covering four-point flexure).

5.2 This test method is intended to interrogate long-beam strength in contrast to the short-beam strength evaluated by Test Method [D2344/D2344M](#).

5.3 Flexural properties determined by these procedures can be used for quality control and specification purposes, and may find design applications.

5.4 These procedures can be useful in the evaluation of multiple environmental conditions to determine which are design drivers and may require further testing.

5.5 These procedures may also be used to determine flexural properties of structures.

## 6. Interferences

6.2 For multidirectional laminates with a small or moderate number of laminae, flexural modulus and flexural strength may be affected by the ply-stacking sequence and will not necessarily correlate with extensional modulus, which is not stacking-sequence dependent.

6.3 The calculation of the flexural properties in Section 13 of this standard is based on beam theory, while the specimens in general may be described as plates. The differences may in some cases be significant, particularly for laminates containing a large number of plies in the  $645^\circ$  direction. The deviations from beam theory decrease with decreasing width.

6.4 Loading noses may be fixed, rotatable or rolling. Typically, for testing composites, fixed or rotatable loading noses are used. The type of loading nose can affect results, since non-rolling paired supports on either the tension or compression side of the specimen introduce slight longitudinal forces and resisting moments on the beam, which superpose with the intended loading. The type of supports used is to be reported as described in Section 14. The loading noses should also uniformly contact the specimen across its width. Lack of

uniform contact can affect flexural properties by initiating damage by crushing and by non-uniformly loading the beam. Formulas used in this standard assume a uniform line loading at the specimen supports across the entire specimen width; deviations from this type of loading is beyond the scope of this standard.

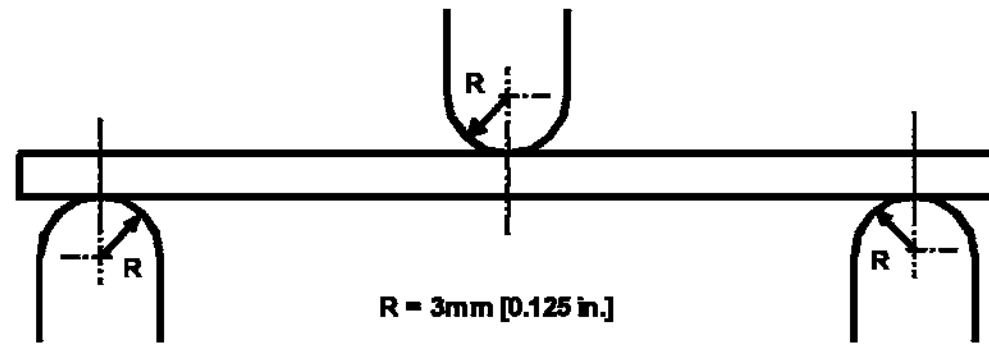
## 7. Apparatus

7.1 *Testing Machine*—Properly calibrated, which can be operated at a constant rate of crosshead motion, and in which the error in the force application system shall not exceed 61 % of the full scale. The force indicating mechanism shall be essentially free of inertia lag at the crosshead rate used. Inertia lag shall not exceed 1 % of the measured force. The accuracy of the testing machine shall be verified in accordance with Practices E4.

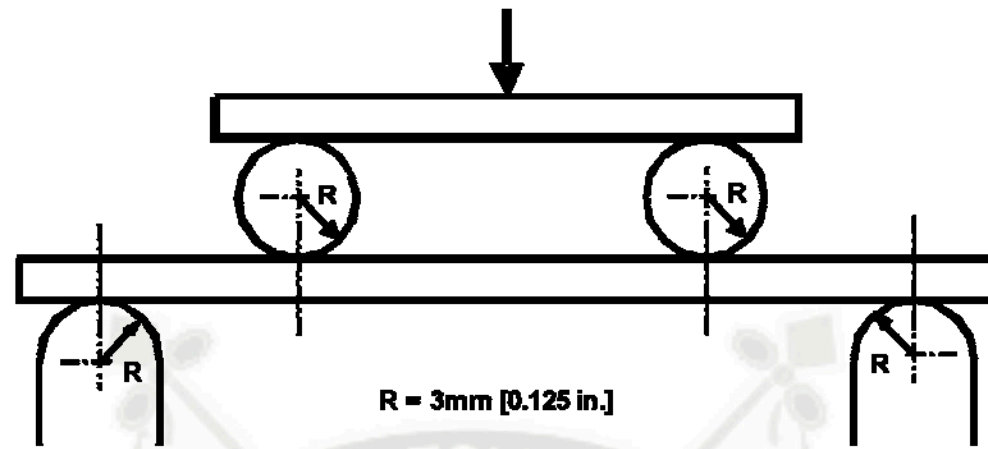
7.2 *Loading Noses and Supports*—The loading noses and supports shall have cylindrical contact surfaces of radius 3.00 mm [0.125 in.] as shown in Fig. 3, with a hardness of 60 to 62

HRC, as specified in Test Methods E18, and shall have finely



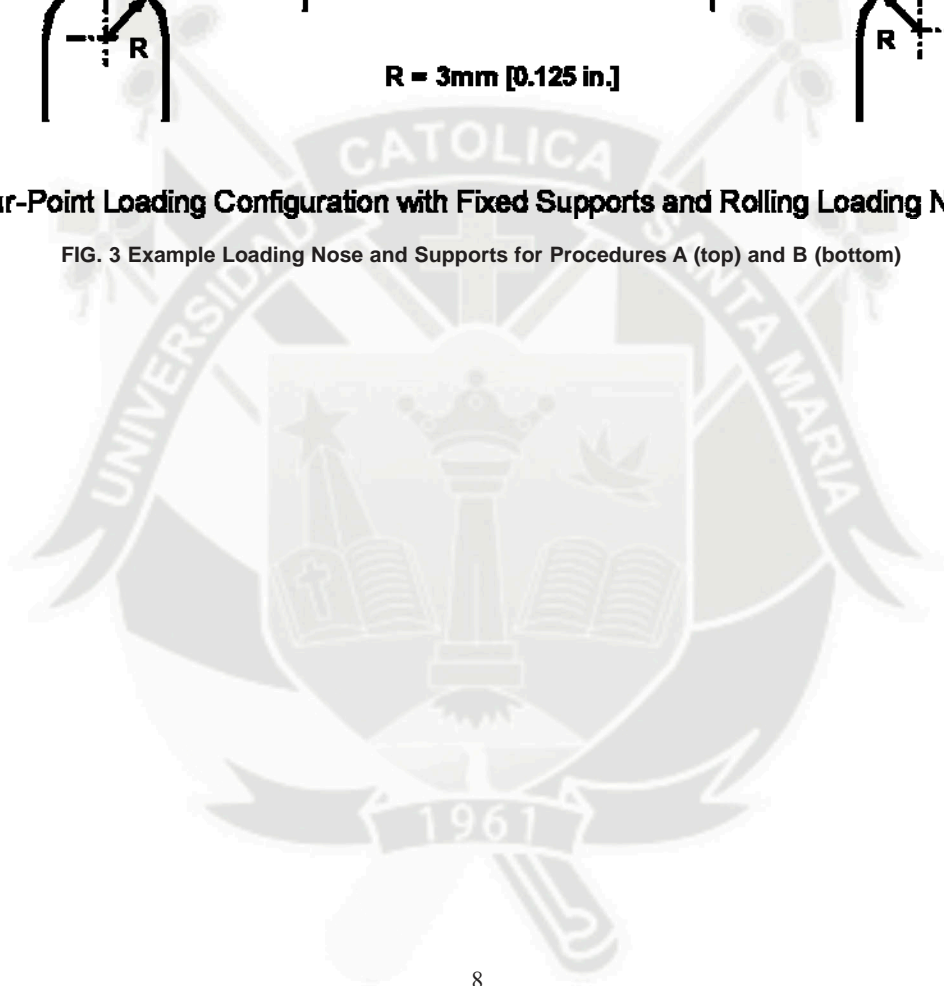


Three-Point Loading Configuration with Fixed Supports and Loading Nose



Four-Point Loading Configuration with Fixed Supports and Rolling Loading Noses

FIG. 3 Example Loading Nose and Supports for Procedures A (top) and B (bottom)



ground surfaces free of indentation and burrs with all sharp edges relieved. Loading noses and supports may be arranged in a fixed, rotatable or rolling arrangement. Typically, with composites, rotatable or fixed arrangements are used.

**7.3 Micrometers**—For width and thickness measurements the micrometers shall use a 4 to 7 mm [0.16 to 0.28 in.] nominal diameter ball-interface on an irregular surface such as the bag side of a laminate, and a flat anvil interface on machined edges or very smooth tooled surfaces. A micrometer or caliper with flat anvil faces shall be used to measure the length of the specimen. The accuracy of the instrument(s) shall be suitable for reading to within 1 % or better of the specimen dimensions. For typical section geometries, an instrument with an accuracy of 60.02 mm [60.001 in.] is desirable for thickness and width measurement, while an instrument with an accuracy of 60.1 mm [60.004 in.] is adequate for length measurement.

**7.4 Deflection Measurement**—Specimen deflection at the common center of the loading span shall be measured by a properly calibrated device having an accuracy of 61 % or better of the expected maximum displacement. The device shall automatically and continuously record the deflection during the test.

**7.5 Conditioning Chamber**—When conditioning materials at non-laboratory environments, a temperature/vapor-level controlled environmental conditioning chamber is required that shall be capable of maintaining the required temperature to within 61°C [62°F] and the required vapor level to within

63 % relative humidity, as outlined in Test Method [D5229/D5229M](#). Chamber conditions shall be monitored either on an automated continuous basis or on a manual basis at regular intervals.

**7.6 Environmental Test Chamber**—An environmental test chamber is required for test environments other than ambient testing laboratory conditions. This chamber shall be capable of maintaining the test specimen at the required temperature

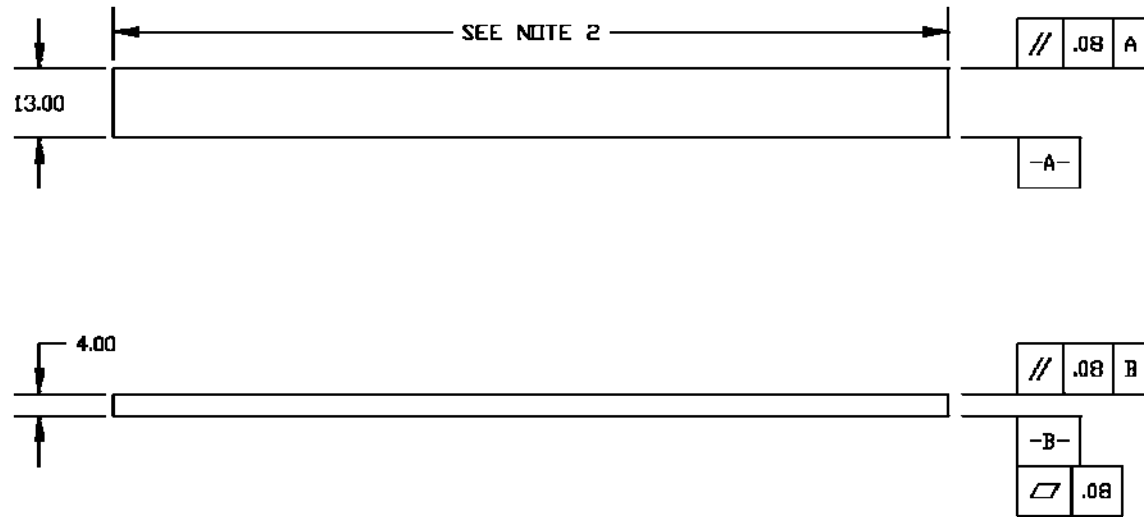
within 63°C [65°F] and the required vapor level to within 65 % relative humidity.

## 8. Test Specimens

**8.1 Specimen Preparation**—Guide [D5687/D5687M](#) provides recommended specimen preparation practices and should be followed when practical.

**8.2 Specimen Size** is chosen such that the flexural properties are determined accurately from the tests. For flexural strength, the standard support span-to-thickness ratio is chosen such that failure occurs at the outer surface of the specimens, due only to the bending moment (see Notes [2](#) and [3](#)). The standard span-to-thickness ratio is 32:1, the standard specimen thickness is 4 mm [0.16 in.], and the standard specimen width is 13 mm [0.5 in.] with the specimen length being about 20 % longer than the support span. See [Figs. 4 and 5](#) for a drawing of the standard test specimen in SI and inch-pound units, respectively. For fabric-reinforced textile composite materials, the width of the specimen shall be at least two unit cells, as defined in Guide [D6856](#). If the standard specimen thickness cannot be obtained in a given material system, an alternate specimen thickness shall be used while maintaining the support span-to-thickness ratio [32:1] and specimen width. Optional support span-to-thickness ratios of 16:1, 20:1, 40:1, and 60:1 may also be used provided it is so noted in the report. Also, the data obtained from a test using one support span-to-thickness ratio may not be compared with the data from another test using a different support span-to-thickness ratio.

**8.2.1** Shear deformations can significantly reduce the apparent modulus of highly orthotropic laminates when they are tested at low support span-to-thickness ratios. For this reason, a high support span-to-thickness ratio is recommended for flexural modulus determinations. In some cases, separate sets of specimens may have to be used for modulus and strength determination.

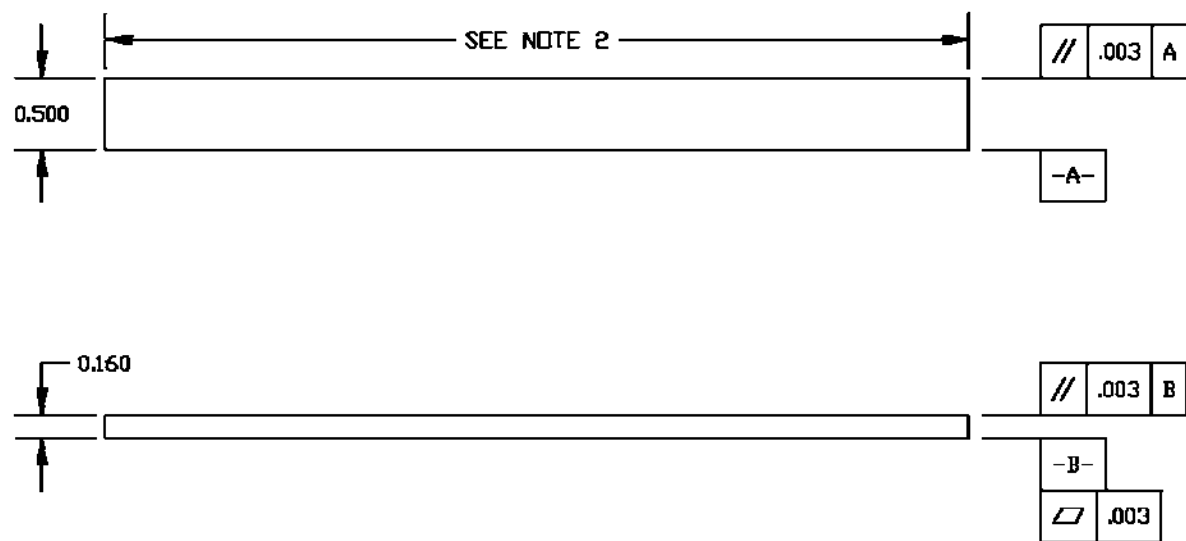


NOTE 1—Drawing interpretation per ANSI Y14.5-1999 and ANSI B46.1-1995.

NOTE 2—See 8.2 and 11.3 of this test standard for the required values of span and overall length.

FIG. 4 Standard Flexural Test Specimen Drawing (SI)





NOTE 1—Drawing interpretation per ANSI Y14.5-1999 and ANSI B46.1-1995.

NOTE 2—See 8.2 and 11.3 of this test standard for the required values of span and overall length.

FIG. 5 Standard Flexural Test Specimen Drawing (Inch-Pound)

NOTE 2—A support span-to-thickness ratio of less than 32:1 may be acceptable for obtaining the desired flexural failure mode when the ratio of the lower of the compressive and tensile strength to out-of-plane shear strength is less than 8, but the support span-to-thickness ratio must be increased for composite laminates having relatively low out-of-plane shear strength and relatively high in-plane tensile or compressive strength parallel to the support span.

NOTE 3—While laminate stacking sequence is not limited by this test method, significant deviations from a lay-up of nominal balance and symmetry may induce unusual test behaviors and a shift in the neutral axis.

NOTE 4—The term *moisture*, as used in Test Method D5229/D5229M, includes not only the vapor of a liquid and its condensate, but the liquid itself in large quantities, as for immersion.

10.2 The pre-test specimen conditioning process, to include specified environmental exposure levels and resulting moisture content, shall be reported with the data.

10.3 If there is no explicit conditioning process, the conditioning process shall be reported as “unconditioned” and the moisture content as “unknown.”

## 9. Number of Test Specimens

9.1 Test at least five specimens per test condition unless valid results can be gained through the use of fewer specimens, such as in the case of a designed experiment. For statistically significant data the procedures outlined in Practice E122 should be consulted. Report the method of sampling.

## 10. Conditioning

10.1 The recommended pre-test specimen condition is effective moisture equilibrium at a specific relative humidity as established by Test Method D5229/D5229M; however, if the test requester does not explicitly specify a pre-test conditioning environment, conditioning is not required and the test specimens may be tested as prepared.

## 11. Procedure

11.1 Condition the specimens as required. Store the specimens in the conditioned environment until test time.

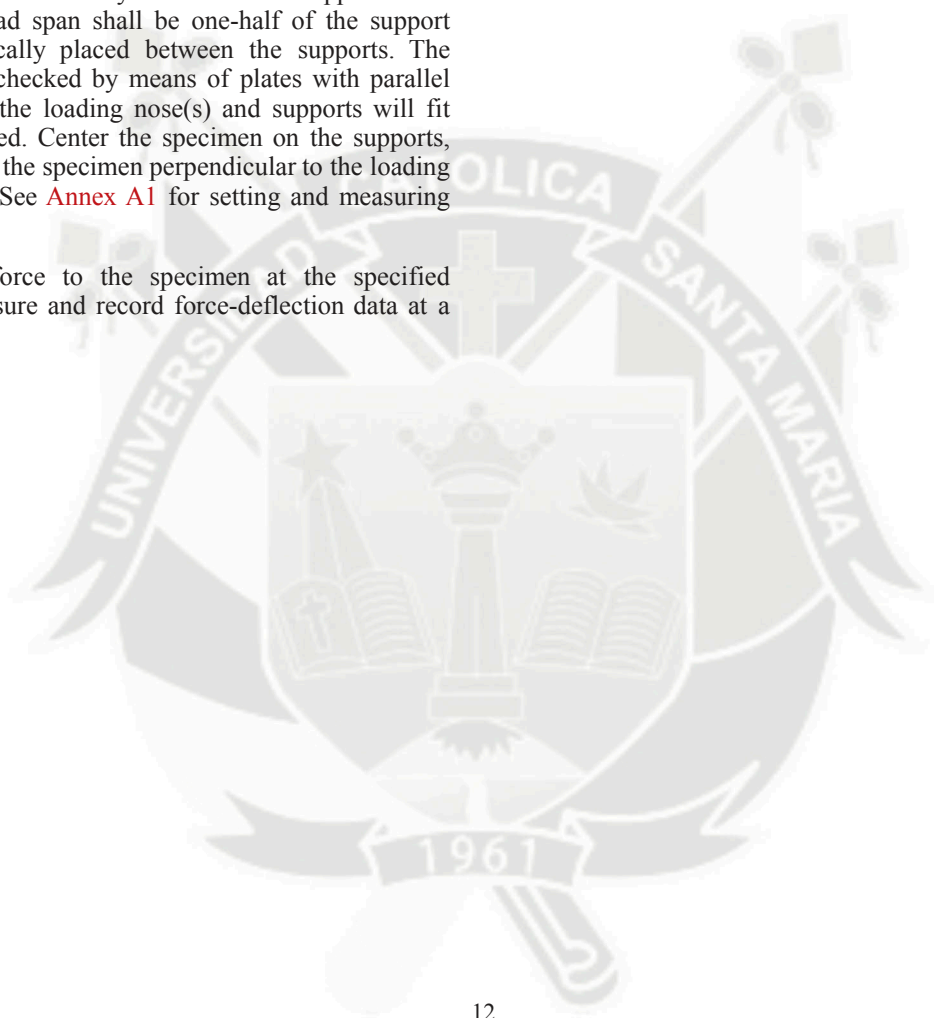
11.2 Following final specimen machining and any conditioning but before testing, measure and record the specimen width and thickness at the specimen mid-section, and the specimen length, to the specified accuracy.

11.3 Measure the span accurately to the nearest 0.1 mm [0.004 in.] for spans less than 63 mm [2.5 in.] and the nearest 0.3 mm [0.012 in.] for spans greater than or equal to 63 mm [2.5 in.]. Use the measured span for all calculations. See [Annex A1](#) for information on the determination of and setting of the span.

11.4 *Speed of Testing*—Set the speed of testing at a rate of crosshead movement of 1.0 mm/min [0.05 in./min] for a specimen with standard dimensions. For specimens with dimensions that vary greatly from the standard dimensions, a crosshead rate that will give a similar rate of straining at the outer surface can be obtained via the method outlined in Test Methods [D790](#) for Procedure A and Test Method [D6272](#) for Procedure B.

11.5 Align the loading nose(s) and supports so that the axes of the cylindrical surfaces are parallel. For Procedure A, the loading nose shall be midway between the supports. For Procedure B, the load span shall be one-half of the support span and symmetrically placed between the supports. The parallelism may be checked by means of plates with parallel grooves into which the loading nose(s) and supports will fit when properly aligned. Center the specimen on the supports, with the long axis of the specimen perpendicular to the loading noses and supports. See [Annex A1](#) for setting and measuring span.

11.6 Apply the force to the specimen at the specified crosshead rate. Measure and record force-deflection data at a



rate such that a minimum of 50 data points comprise the force deflection curve. (A higher sampling rate may be required to properly capture any nonlinearities or progressive failure of the specimen.) Measure deflection by a transducer under the specimen in contact with it at the center of the support span, the

transducer being mounted stationary relative to the specimen

supports. Do not use the measurement of the motion of the loading nose relative to the supports as this will not take into

account the rotation of the specimen about the load and support noses, nor account for the compliance in the loading nose or crosshead.

**11.7 Failure Modes**—To obtain valid flexural strength, it is necessary that the specimen failure occurs on either one of its outer surfaces, without a preceding interlaminar shear failure or a crushing failure under a support or loading nose. Failure on the tension surface may be a crack while that on the compression surface may be local buckling. Buckling may be manifested as fiber micro-buckling or ply-level buckling. Ply-level buckling may result in, or be preceded by delamination of the outer ply.

**11.7.1 Failure Identification Codes**—Record the mode, area, and location of failure for each specimen. Choose a standard failure identification code based on the three-part code shown in Fig. 6. A multimode failure can be described by including each of the appropriate failure-mode codes between the parentheses of the M failure mode.

## 12. Validation

**12.1** Values for properties at failure shall not be calculated for any specimen that breaks at some obvious, fortuitous flaw, unless such flaws constitute a variable being studied. Specimens that fail in an unacceptable failure mode shall not be included in the flexural property calculations. Retests shall be made for any specimen for which values are not calculated. If

a significant fraction (>50 %) of the specimens fail in an unacceptable failure mode then the span-to-thickness ratio (for excessive shear failures) or the loading nose diameter (crushing

under the loading nose) should be reexamined.

## 13. Calculation

**NOTE 5**—In determination of the calculated value of some of the properties listed in this section it is necessary to determine if the toe compensation (see Annex A2) adjustment must be made. This toe compensation correction shall be made only when it has been shown that the toe region of the curve is due to take up of the slack, alignment, or seating of the specimen and is not an authentic material response.

beam simply supported at two points and loaded at the midpoint, the maximum stress at the outer surface occurs at mid-span. The stress may be calculated for any point on the load-deflection curve by the following equation (Note 6):

$$s = \frac{3PL}{2bh^2} \quad (1)$$

where:

$s$  = stress at the outer surface at mid-span, MPa [psi],

$P$  = applied force, N [lbf],

$L$  = support span, mm [in.],

$b$  = width of beam, mm [in.], and

$h$  = thickness of beam, mm [in.].

**NOTE 6**—Eq 1 applies strictly to materials for which the stress is linearly proportional to strain up to the point of rupture and for which the strains are small. Since this is not always the case, a slight error will be introduced in the use of this equation. The equation will however, be valid for comparison data and specification values up to the maximum fiber strain of 2 % for specimens tested by the procedure herein described. It should be noted that the maximum ply stress may not occur at the outer surface of a multidirectional laminate.<sup>4</sup> Laminated beam theory must be applied to determine the maximum tensile stress at failure. Thus, Eq 1 yields an apparent strength based on homogeneous beam theory. This apparent strength is highly dependent on the ply-stacking sequence for multidirectional laminates.

**13.2 Maximum Flexural Stress, Procedure B**—When a beam of homogeneous, elastic material is tested in flexure as a beam simply supported at two outer points and loaded at two central points separated by a distance equal to ½ the support span and at equal distance from the adjacent support point, the maximum stress at the outer surface occurs between the two central loading points that define the load span (Fig. 2). The stress may be calculated for any point on the load-deflection curve by the following equation (Note 7):

$$s = \frac{3PL}{4bh^2} \quad (2)$$

where:

**13.1 Maximum Flexural Stress, Procedure A**—When a beam of homogenous, elastic material is tested in flexure as a

$s$  = stress at the outer surface in the load span region, MPa

[psi],

$P$  = applied force, N [lbf],

$L$  = support span, mm [in.],

$b$  = width of beam, mm [in.], and

<sup>4</sup> For the theoretical details, see Whitney, J. M., Browning, C. E., and Mair, A., "Analysis of the Flexure Test for Laminated Composite Materials," *Composite Materials: Testing and Design (Third Conference)*, ASTM STP 546, 1974, pp.

First Character		Second Character		Third Character	
Failure Mode	Code	Failure Area	Code	Failure Location	Code
Tension	T	At loading nose	A	Top	T
Compression	C	Between loading noses	B	Bottom	B
Buckling	B	at Support nose	S	Left	L
interlaminar Shear	S	between Load and support nose	L	Right	R
Multi-mode	M(xyz)	Unknown	U	Middle	M
Other	O			Various	V
				Unknown	U

FIG. 6 Flexure Test Specimen Three-Part Failure Identification Code



$h$  = thickness of beam, mm [in.].

NOTE 7—The limitations defined for Eq 1 in Note 6 apply also to Eq 2.

13.3 *Flexural Strength*—The flexural strength is equal to the maximum stress at the outer surface corresponding to the peak applied force prior to failure. (for multidirectional laminates, see Note 6). It is calculated in accordance with Eq 1 and 2 by letting  $P$  equal the peak applied force.

13.4 *Flexural Stress at a Given Strain*—The maximum flexural stress at any given strain may be calculated in accordance with Eq 1 and 2 by letting  $P$  equal the applied force read from the force-deflection curve at the deflection corresponding to the desired strain (for multidirectional laminates, see Note 6). Equations for calculating strains from the measured deflection are given in 13.5 and 13.6.

13.5 *Maximum Strain, Procedure A*—The maximum strain at the outer surface also occurs at mid-span, and it may be calculated as follows:

$$\epsilon = \frac{6dh}{L^2} \quad (3)$$

where:

$\epsilon$  = maximum strain at the outer surface, mm/mm [in./in.],  
 $d$  = mid-span deflection, mm [in.],  
 $L$  = support span, mm [in.], and

$h$  = thickness of beam, mm [in.].

13.6 *Maximum Strain, Procedure B*—The maximum strain

at the outer surface also occurs at mid-span, and it may be calculated as follows:

$$\epsilon = \frac{4.36dh}{L^2} \quad (4)$$

where:

$d$  = mid-span deflection, mm [in.],  
 $\epsilon$  = maximum strain at the outer surface, mm/mm [in./in.],  
 $L$  = support span, mm [in.], and  
 $h$  = thickness of beam, mm [in.].

13.7 *Flexural Modulus of Elasticity:*

13.7.1.1 Report the chord modulus of elasticity in MPa [psi] for the strain range 0.001 to 0.003. If a different strain range is used in the calculations, also report the strain range used.

NOTE 8—Shear deformation can seriously reduce the apparent flexural modulus of highly orthotropic laminates when they are tested at low span-to-thickness ratios.<sup>5</sup> For this reason, a high span-to-thickness ratio is recommended for flexural modulus determinations. In some cases, separate sets of specimens may have to be used for modulus and strength determination.

13.7.2 *Flexural Secant Modulus of Elasticity*—The flexural secant modulus of elasticity is the ratio of stress to corresponding strain at any given point on the stress-strain curve. The flexural secant modulus is same as the flexural chord modulus in which the initial strain point is zero. It shall be expressed in MPa [psi]. It is calculated as follows (for multidirectional or highly orthotropic composites, see Note 8):

13.7.2.1 *For Procedure A:*

$$E_f^{secant} = \frac{L^3 m}{4bh^3} \quad (6)$$

where:

$E_f^{secant}$  = flexural secant modulus of elasticity, MPa [psi],  
 $L$  = support span, mm [in.],  
 $b$  = width of beam, mm [in.],  
 $h$  = thickness of beam, mm [in.] and  
 $m$  = slope of the secant of the force-deflection curve.

13.7.2.2 *For Procedure B:*

$$E_f^{secant} = \frac{0.17L^3 m}{bh^3} \quad (7)$$

where  $E_f^{secant}$ ,  $m$ ,  $L$ ,  $b$ , and  $h$  are the same as for Eq 6.

13.7.3 Chord modulus of elasticity shall be reported although other definitions of moduli may also be used. However, when other definitions of moduli are used, it should be clearly

indicated in the report.

13.8 *Statistics*—For each series of tests calculate the average value, standard deviation, and coefficient of variation for each property determined:

$$\bar{x} = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^n x_i \quad (8)$$

chord modulus of elasticity is the ratio of stress range and corresponding strain range. For calculation of flexural chord

point of 0.001 and an end point 0.003. If the data is not modulus, the recommended strain range is 0.002 with a start

available at the exact strain range end points (as often occurs with digital data), use the closest available data point. Calculate the flexural chord modulus of elasticity from the stress-strain data using Eq 5 (for multidirectional or highly orthotropic

composites, see Note 8).

$$E_f^{chord} = \frac{D_s}{D'} \quad (5)$$

where:

$E_f^{chord}$  = flexural chord modulus of elasticity, MPa [psi],

$D_s$  = difference in flexural stress between the two

selected strain points, MPa [psi], and

$D'$  = difference between the two selected strain points

(nominally 0.002).

$$s_{n-1} = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (x_i - \bar{x})^2}{n-1}}$$

$$CV = 100 \cdot \frac{s_{n-1}}{\bar{x}}$$

where:

$$CV = 100 \cdot \frac{s_{n-1}}{\bar{x}}$$

$\bar{x}$  = average value or sample mean,

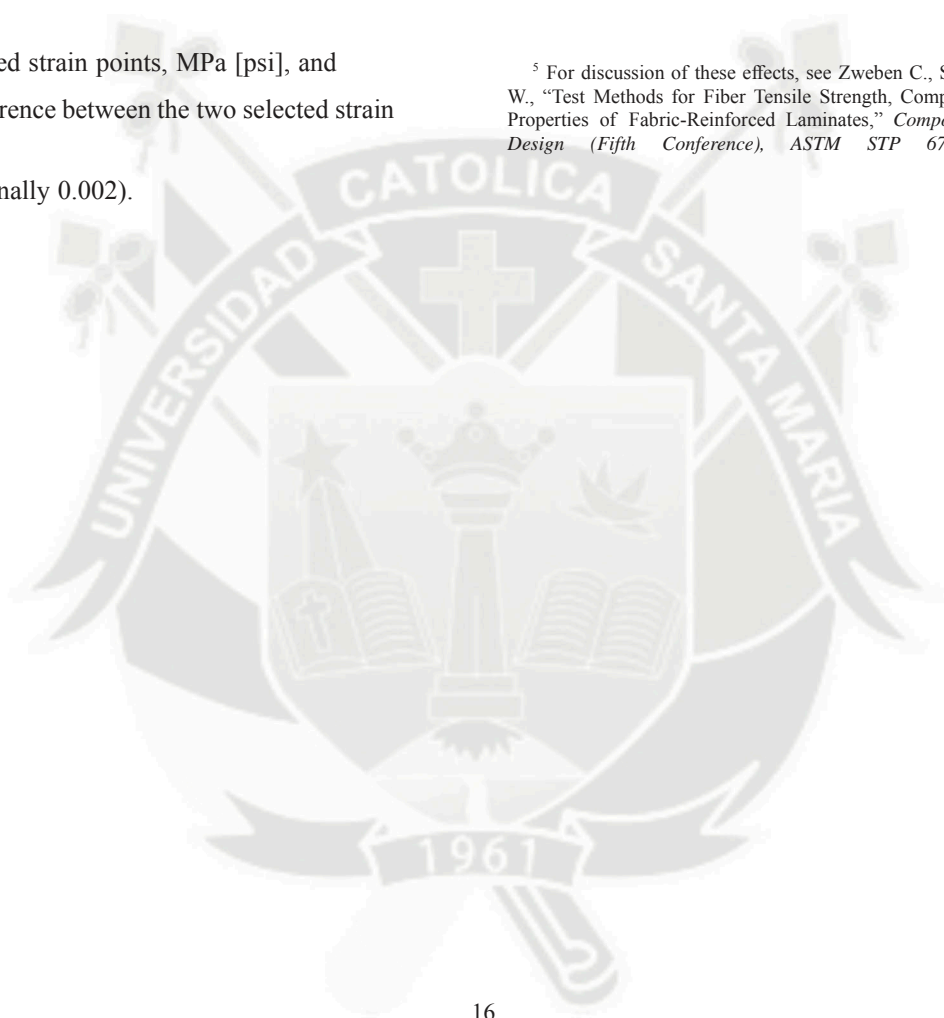
$x_i$  = value of single measured or derived property,

$n$  = number of specimens,

$s_{n-1}$  = estimated standard deviation,

$CV$  = coefficient of variation in percentage.

<sup>5</sup> For discussion of these effects, see Zweben C., Smith, W. S., and Wardle, M. W., "Test Methods for Fiber Tensile Strength, Composite Flexural Modulus, and Properties of Fabric-Reinforced Laminates," *Composite Materials: Testing and Design (Fifth Conference)*, ASTM STP 674, 1979, pp. 228-262.



14.1.20 Load-span length, support-span length, and support span-to-thickness ratio.

14.1.21 Loading and support nose type and dimensions.

14.1.22 Speed of testing.

## 14. Report

14.1 The information reported for this test method includes material identification and mechanical testing data. These data shall be reported in accordance with Guides E1309 and E1434. At a minimum, the following should be reported:

14.1.1 The revision level or date of issue of the test method used.

14.1.2 The date(s) and location(s) of the testing.

14.1.3 The name(s) of the test operator(s).

14.1.4 The test Procedure used (A or B).

14.1.5 Any variations to this test method, anomalies noticed during testing, or equipment problems occurring during testing.

14.1.6 Identification of the material tested including: material specification, material type, material designation, manufacturer, manufacturer's lot or batch number, source (if not from the manufacturer), date of certification, expiration of certification, filament diameter, tow or yarn filament count and twist, sizing, form or weave, fiber areal weight, matrix type, prepreg matrix content, and prepreg volatiles content.

14.1.7 Description of the fabrication steps used to prepare the laminate including: fabrication start date, fabrication end date, process specification, cure cycle, consolidation method, and a description of the equipment used.

14.1.8 Ply orientation stacking sequence of the laminate.

14.1.9 If requested, report density, reinforcement volume fraction, and void content test methods, specimen sampling method and geometries, test parameters, and test data.

14.1.10 Average ply thickness of the material.

14.1.11 Results of any nondestructive evaluation tests.

14.1.12 Method of preparing the test specimens, including specimen labeling scheme and method, specimen geometry, sampling method, and specimen cutting method.

14.1.13 Calibration dates and methods for all measurement and test equipment.

14.1.14 Type of test machine, grips, jaws, alignment data, and data acquisition sampling rate and equipment type.

14.1.15 Dimensions of each specimen to at least three significant figures, including specimen width, thickness, and overall length.

14.1.16 Conditioning parameters and results, and the procedure used if other than that specified in this test method.

14.1.17 Relative humidity and temperature of the testing laboratory.

14.1.18 Environment of the test machine environmental chamber (if used) and soak time at environment.

14.1.19 Number of specimens tested.

14.1.23 Transducer placement on the specimen, transducer type, and calibration data for each transducer used.

14.1.24 Force-deflection curves for each specimen. Note method and offset value if toe compensation was applied to force-deflection curve.

14.1.25 Tabulated data of flexural stress versus strain for each specimen.

14.1.26 Individual flexural strengths and average value, standard deviation, and coefficient of variation (in percent) for the population. Note if the failure load was less than the maximum load prior to failure.

14.1.27 Individual strains at failure and the average value, standard deviation, and coefficient of variation (in percent) for the population.

14.1.28 Strain range used for the flexural chord modulus of elasticity determination.

14.1.29 Individual values of flexural chord modulus of elasticity, and the average value, standard deviation, and coefficient of variation (in percent) for the population.

14.1.30 If an alternate definition of flexural modulus of elasticity is used in addition to chord modulus, describe the method used, the resulting correlation coefficient (if applicable), and the strain range used for the evaluation.

14.1.31 Individual values of the alternate (see above) flexural modulus of elasticity, and the average value, standard deviation, and coefficient of variation (in percent) for the population.

14.1.32 Individual maximum flexural stresses, and the average, standard deviation, and coefficient of variation (in percent) values for the population. Note any test in which the failure load was less than the maximum load before failure.

14.1.33 For flexural modulus only tests: maximum load applied, strain at maximum applied load, and calculated flexural modulus of elasticity ( $E_f$ ).

14.1.34 Individual maximum flexural strains and the average, standard deviation, and coefficient of variation (in percent) values for the population. Note any test that was truncated to 2 % strain.

14.1.35 Failure mode and location of failure for each specimen.

## 15. Precision and Bias

15.1 *Precision*—The data required for the development of precision is not currently available for this test method.

15.2 *Bias*—Bias cannot be determined for this test method as no acceptable reference standard exists.

## 16. Keywords

ANNEXES

(Mandatory Information)

A1. MEASURING AND SETTING SPAN

A1.1 For flexural fixtures that have adjustable spans, it is important that the span between the supports is maintained constant or the actual measured span is used in the calculation of flexural stress, flexural modulus and strain, and the loading noses are positioned and aligned properly with respect to the supports. Some simple steps as follows can improve the repeatability of results when using adjustable span fixtures.

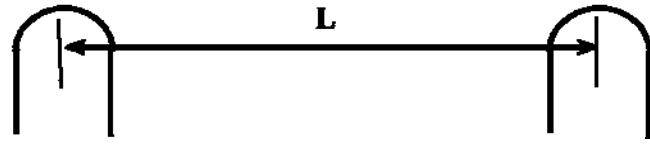


FIG. A1.1 Markings on Fixed Specimen Supports

A1.2 Measurement of Span:

A1.2.1 This technique is needed to ensure that the correct span, not an estimated span, is used in calculation of results.

A1.2.2 Scribe a permanent line or mark at the exact center of the support where the specimen makes complete contact. The type of mark depends on whether the supports are fixed or rotatable (see Figs. A1.1 and A1.2).

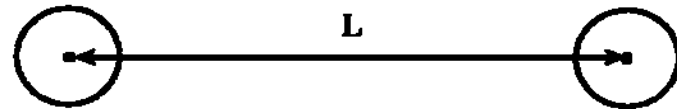


FIG. A1.2 Markings on Rotatable Specimen Supports

A1.2.3 Using a vernier caliper with pointed tips that is readable to at least 0.1 mm [0.004 in.], measure the distance between the supports, and use this measurement of span in the calculations.

A1.3 Setting the Span and Alignment of Loading Nose(s)—To ensure a constant day-to-day setup of the span and ensure the alignment and proper positioning of the loading nose(s), simple jigs should be manufactured for each of the standard setups used. An example of a jig found to be useful is shown in Fig. A1.3.

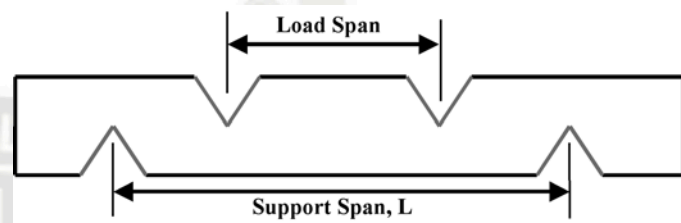


FIG. A1.3 Fixture Used to Align Loading Noses and Supports

A2. TOE COMPENSATION

A2.1 In a typical force-deflection curve (see Fig. A2.1) there is a toe region, AC, which does not represent a property of the material. It is an artifact caused by a take-up of slack and alignment, or seating of the specimen. In order to obtain correct values of such parameters as flexural modulus, and deflection at failure, this artifact must be compensated for to give the corrected zero point on the deflection, or extension axis.

A2.2 In the case of a material exhibiting a region of Hookean (linear) behavior (see Fig. A2.1), a continuation of the linear (CD) region is constructed through the zero axis. This intersection (B) is the corrected zero deflection point from which all deflections must be measured. The slope can be determined by dividing the change in force between any two points along the line CD (or its extension) by the change in deflection at the same two points (measured from Point B, defined as zero-deflection).

A2.3 In the case of a material that does not exhibit any linear region (see Fig. A2.2), the same kind of toe correction of zero-deflection point can be made by constructing a tangent to the maximum slope at the inflection Point H'. This is extended to intersect the deflection axis at Point B', the corrected zero-deflection point. Using Point B' as zero deflection, the force at any point (G') on the curve can be divided by the deflection at that point to obtain a flexural chord modulus (slope of Line B'G').

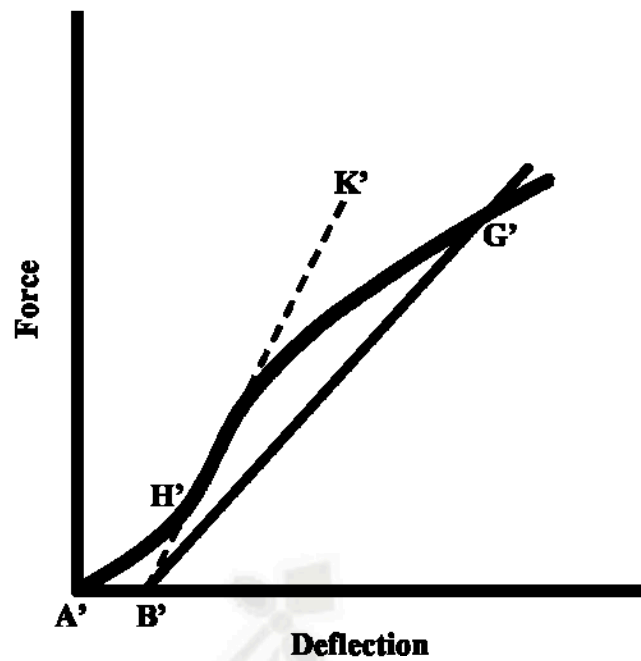


FIG. A2.2 Material without a Hookean Region

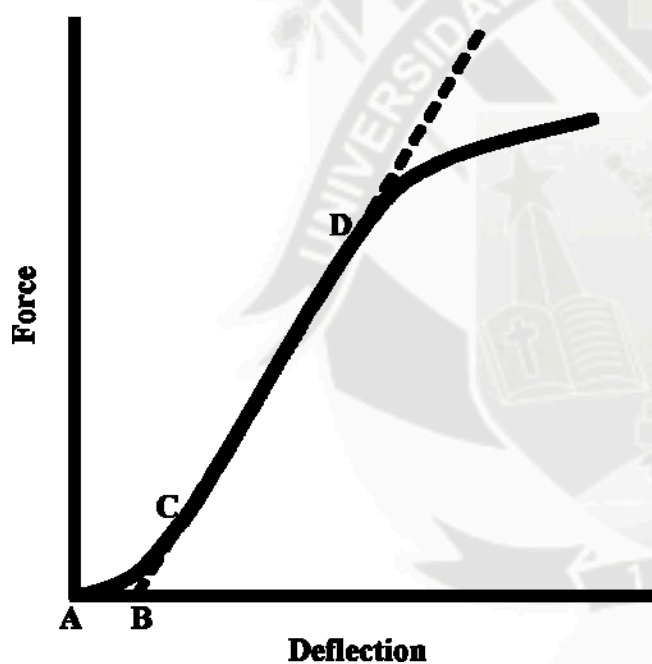


FIG. A2.1 Material with a Hookean Region



*ASTM International takes no position respecting the validity of any patent rights asserted in connection with any item mentioned in this standard. Users of this standard are expressly advised that determination of the validity of any such patent rights, and the risk of infringement of such rights, are entirely their own responsibility.*

*This standard is subject to revision at any time by the responsible technical committee and must be reviewed every five years and if not revised, either reapproved or withdrawn. Your comments are invited either for revision of this standard or for additional standards and should be addressed to ASTM International Headquarters. Your comments will receive careful consideration at a meeting of the responsible technical committee, which you may attend. If you feel that your comments have not received a fair hearing you should make your views known to the ASTM Committee on Standards, at the address shown below.*

*This standard is copyrighted by ASTM International, 100 Barr Harbor Drive, PO Box C700, West Conshohocken, PA 19428-2959, United States. Individual reprints (single or multiple copies) of this standard may be obtained by contacting ASTM at the above address or at 610-832-9585 (phone), 610-832-9555 (fax), or [service@astm.org](mailto:service@astm.org) (e-mail); or through the ASTM website ([www.astm.org](http://www.astm.org)). Permission rights to photocopy the standard may also be secured from the ASTM website ([www.astm.org/COPYRIGHT/](http://www.astm.org/COPYRIGHT/)).*

