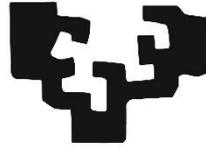


eman ta zabal zazu



Universidad
del País Vasco

Euskal Herriko
Unibertsitatea

TRABAJO DE FIN DE GRADO

Estudio del comportamiento a fatiga de sistemas
radio-opacos basados en PLA-BaSO₄

Gonzalo Hernando Irisarri

Dirigido por Ester Zuza Hernández



Ingeniaritza Goi Eskola Teknikoa
Escuela Técnica Superior de Ingeniería
Bilbao

2017

ÍNDICE DEL DOCUMENTO

ÍNDICE DEL DOCUMENTO	2
0. RESUMEN	4
1. LABURPENA	4
2. ABSTRACT	4
3. INTRODUCCIÓN	8
4. CONTEXTO	9
5. OBJETIVOS Y ALCANCE	10
6. BENEFICIOS DEL PROYECTO	12
6.1. Ámbito científico	12
6.2. Ámbito social	12
6.3. Ámbito económico	12
7. ESTADO DEL ARTE	13
8. DESCRIPCIÓN DE LA METODOLOGÍA	15
8.1. Elaboración de las probetas	16
8.1.1. Preparación del recubrimiento	17
8.1.2. Filtrado	18
8.1.3. Secado	19
8.1.4. Mezclado	19
8.1.5. Inyección	19
8.1.6. Control	20
8.1.7. Corte	22
8.2. Ensayos de fatiga	22
8.2.1. Toma de datos	23
8.2.2. Gráficos	24
9. ANÁLISIS DE DATOS	25
9.1. Discusión	26
9.1.1. Dispersión	26
9.1.2. Adhesión	26
9.1.3. Efecto de las partículas	27
9.1.4. Degradación o envejecimiento	29
9.1.5. Recubrimiento	30

10.	DESCRIPCIÓN DE TAREAS. GANTT	31
10.1.	Listado y descripción de las Tareas	31
10.2.	Diagrama Gantt	33
11.	DESCARGO DE GASTOS	34
11.1.	Datos de partida	34
11.2.	Cálculos	34
11.3.	Costes totales	34
11.4.	Costes por pieza	35
12.	ANÁLISIS DE RIESGOS	37
12.1.	Riesgos.....	37
12.2.	Matriz Probabilidad-Impacto	38
13.	CONCLUSIONES Y LINEAS FUTURAS	39
14.	FUENTES DE INFORMACIÓN.....	40
	ANEXO I: NORMATIVA APLICABLE.....	42
	ANEXO II: PLANOS DE CONJUNTO Y TABLAS.....	43
	ANEXO III: RESULTADOS	47
	Sistema 1. PLLA	47
	Sistema2. PLLA- BaSO ₄	51
	Sistema 3. PLLA- BaSO ₄ -DA.....	55
	Gráficos conjuntos	60

0. RESUMEN

Las polilactidas (PLAs) y sus composites son ampliamente empleados como dispositivos de fijación de huesos debido a su biodegradabilidad y su elevada resistencia a tracción. La adición de partículas de sulfato de bario (BaSO_4) en matrices de PLA es de gran interés en este campo dadas las propiedades radiopacas del composite resultante. Además, la tenacidad de la matriz polimérica se ve fuertemente aumentada tras la incorporación del BaSO_4 sin apenas efecto adverso en el límite elástico. Todo esto resulta de gran interés sobre todo cuando se trata de aplicaciones donde la seguridad es crítica. Sin embargo, esta estrategia influye en el comportamiento a fatiga del material. Por tanto, el comportamiento a fatiga del propio polímero, el compuesto con partículas de BaSO_4 y una tercera mezcla con BaSO_4 cubierta con dopamina (DA) se estudia para determinar la influencia del relleno particulado en la generación y propagación de grietas del comportamiento a fatiga.

1. LABURPENA

Polilaktidak eta haien konposatuak hezur-konpontze gailuetan asko erabiltzen dira duten biodegradagarritasuna eta traxzio tentsio altua direla eta. Bario sulfatozko (BaSO_4) partikulen gehiketa PLA matrizetan oso interesgarria da arlo horretan lortutako konposatuek propietate erradiopoak erakusteagatik. Gainera, matrize polimerikoaren zailtasuna biziki handitu egiten da BaSO_4 -a sartzean muga elastikoan ia eraginik izan gabe. Hau guztia oso interesgarria da, batez ere, segurtasuna kritikoa den aplikazioetan. Hala ere, estrategia honek materialak neke portaeran duen erantzukizunean eragina dauka. Hortaz, polimeroaren, BaSO_4 zko partikulaz osatutako konposatuaren eta dopaminaz (DA) bildutako partikulaz osatutako sistemen neke portaerak aztertu behar dira partikulek arrakalen sorkuntzan eta hedapenean duten eragina zehazteko.

2. ABSTRACT

Poly lactides (PLAs) and their composites have been extensively employed as bone fixation devices due to their biodegradability and high tensile modulus. Incorporation of barium sulphate (BaSO_4) particles to PLA matrix holds particular interest in this field because of the radiopaque properties of the resulting composites. Additionally, toughness of the polymeric matrix is impressively enhanced after the addition of BaSO_4 with almost no adverse effect on the yield strength, providing a promising strategy in the design of materials that are intended to be used in safety-critical applications. However, this strategy affects the response to fatigue of the material. Thus, fatigue behavior of the neat polymer, the blend with BaSO_4 and another blend with dopamine (DA) coated BaSO_4 should be explored in order to determine how the filler influences in the crack growth and propagation.

ÍNDICE DE ILUSTRACIONES

<i>Ilustración 1. WBS.</i>	11
<i>Ilustración 2. Síntesis del PLA.</i>	13
<i>Ilustración 3. Probetas de los tres sistemas a analizar. En el centro PLA, a la derecha PLA-BaSO₄ y a la izquierda PLA-BaSO₄ con Dopamina.</i>	16
<i>Ilustración 4. Proceso de elaboración PLLA y PLLA BaSO₄.</i>	16
<i>Ilustración 5. Proceso de elaboración PLLA BaSO₄ recubierto.</i>	17
<i>Ilustración 6. Tres disoluciones de dopamina en proceso de oxidación.</i>	18
<i>Ilustración 7. Filtrado.</i>	18
<i>Ilustración 8. Partículas recubiertas separadas del filtro.</i>	19
<i>Ilustración 9. Curvas de tensión deformación.</i>	21
<i>Ilustración 10. Rechupe en probeta.</i>	21
<i>Ilustración 11. Diagrama de calidad</i>	22
<i>Ilustración 12. Gráfico de solicitaciones a tracción en fatiga.</i>	23
<i>Ilustración 13. Criterios de fallo.</i>	25
<i>Ilustración 14. Ensayo de tracción. Validación de probetas con partículas recubiertas.</i>	27
<i>Ilustración 15. Iniciación y propagación de grieta.</i>	28
<i>Ilustración 16. Rotura a tracción por aglomeración.</i>	30
<i>Ilustración 17. Matriz Probabilidad-Impacto.</i>	38
<i>Ilustración 18. Probeta con las dimensiones del molde.</i>	43
<i>Ilustración 19. Cortes a realizar en la probeta.</i>	43
<i>Ilustración 20. S1. Logaritmo de tensión alterna equivalente en duración-logaritmo de número de ciclos.</i>	48
<i>Ilustración 21. S1. Tensión máxima-numero de ciclos.</i>	49
<i>Ilustración 22. S1. Tensión alterna equivalente en duración-numero de ciclos.</i>	49
<i>Ilustración 23. S1. Tensión máxima-logaritmo de numero de ciclos.</i>	50
<i>Ilustración 24. S1. Tensión alterna equivalente en duración-logaritmo de número de ciclos.</i>	50
<i>Ilustración 25. S1. Logaritmo de tensión máxima-logaritmo de número de ciclos.</i>	51
<i>Ilustración 26. S1. Logaritmo de tensión alterna equivalente en duración-logaritmo de número de ciclos.</i>	51
<i>Ilustración 27. S2. Logaritmo de tensión alterna equivalente en duración-logaritmo de número de ciclos.</i>	52
<i>Ilustración 28. S2. Tensión máxima-numero de ciclos.</i>	53
<i>Ilustración 29. S2. Tensión alterna equivalente en duración-numero de ciclos.</i>	53
<i>Ilustración 30. S2. Tensión máxima-logaritmo de numero de ciclos.</i>	54
<i>Ilustración 31. S2. Tensión alterna equivalente en duración-logaritmo de número de ciclos.</i>	54
<i>Ilustración 32. S2. Logaritmo de tensión máxima-logaritmo de número de ciclos.</i>	55
<i>Ilustración 33. S2. Logaritmo de tensión alterna equivalente en duración-logaritmo de número de ciclos.</i>	55
<i>Ilustración 34. S3. Logaritmo de tensión alterna equivalente en duración-logaritmo de número de ciclos.</i>	56

<i>Ilustración 35. S3. Tensión máxima-numero de ciclos.</i>	57
<i>Ilustración 36. S3. Tensión alterna equivalente en duración-numero de ciclos.</i>	57
<i>Ilustración 37. S3. Tensión máxima-logaritmo de numero de ciclos.</i>	58
<i>Ilustración 38. S3. Tensión alterna equivalente en duración-logaritmo de número de ciclos.....</i>	58
<i>Ilustración 39. S3. Logaritmo de tensión máxima-logaritmo de número de ciclos.</i>	59
<i>Ilustración 40. S.3. Logaritmo de tensión alterna equivalente en duración-logaritmo de número de ciclos.</i>	59
<i>Ilustración 41. Tensión máxima-logaritmo de numero de ciclos.....</i>	60
<i>Ilustración 42. Tensión máxima-logaritmo de numero de ciclos. Dos pendientes.</i>	60
<i>Ilustración 43. Tensión alterna equivalente en duración-logaritmo de número de ciclos.</i>	61
<i>Ilustración 44. Tensión alterna equivalente en duración-logaritmo de número de ciclos. Dos pendientes.</i>	61
<i>Ilustración 45. Logaritmo de tensión máxima-logaritmo de número de ciclos.</i>	62
<i>Ilustración 46. Logaritmo de tensión máxima-logaritmo de número de ciclos. Dos pendientes.</i>	62
<i>Ilustración 47 Logaritmo de tensión alterna equivalente en duración-logaritmo de número de ciclos.</i>	63
<i>Ilustración 48. Logaritmo de tensión alterna equivalente en duración-logaritmo de número de ciclos. Dos pendientes.</i>	63
<i>Ilustración 49. Gráficos de duración en función del número de probeta.</i>	64

ÍNDICE DE TABLAS

<i>Tabla 1. Parámetros de inyección.</i>	<i>20</i>
<i>Tabla 2. Solicitaciones de fatiga.</i>	<i>23</i>
<i>Tabla 3. Valores medios de ciclos.</i>	<i>28</i>
<i>Tabla 4. Valores de propagación de grieta.</i>	<i>29</i>
<i>Tabla 5. Tabla de adquisición de datos.</i>	<i>44</i>
<i>Tabla 6. Materiales y cantidades.</i>	<i>44</i>
<i>Tabla 7. Coste de las máquinas, potencia y vida útil.</i>	<i>44</i>
<i>Tabla 8. Procesos, producción y rechazos.</i>	<i>45</i>
<i>Tabla 9. Utilillaje.</i>	<i>45</i>
<i>Tabla 10. Datos complementarios.</i>	<i>45</i>
<i>Tabla 11. Costes de los materiales.</i>	<i>45</i>
<i>Tabla 12. Producción real.</i>	<i>45</i>
<i>Tabla 13. Tasa horaria.</i>	<i>46</i>
<i>Tabla 14. Solicitaciones de los ensayos.</i>	<i>47</i>
<i>Tabla 15. Datos de fatiga. Sistema 1.</i>	<i>48</i>
<i>Tabla 16. Datos de fatiga. Sistema 2.</i>	<i>52</i>
<i>Tabla 17. Resultados de fatiga. Sistema 3.</i>	<i>56</i>

3. INTRODUCCIÓN

Por medio del siguiente documento se expone el Trabajo de Fin de Grado (TFG) realizado en el Departamento de Materiales de la Escuela de Ingeniería de Bilbao perteneciente a la Universidad del País Vasco (UPV-EHU). El trabajo ha sido realizado por el alumno Gonzalo Hernando Irisarri de 4º curso, siendo su tutora Ester Zuza Hernández.

Este informe presenta un análisis consistente en ensayos de fatiga realizados en el laboratorio de polímeros sobre sistemas radio-opacos basados en PLA-BaSO₄. Este material es un polímero compatible y absorbible por el cuerpo humano muy utilizado en el ámbito biomédico. Es por ello que su comportamiento a fatiga resulta de especial interés.

Los sistemas a analizar son tres: uno formado únicamente por el polímero, otro cargado con partículas de sulfato de bario y el tercero con las mismas partículas pero en este caso recubiertas por polidopamina. La elección del compuesto formado por partículas se debe fundamentalmente a la mejora en la ductilidad observada en investigaciones anteriores llevadas a cabo en el mismo departamento.

En cuanto al lugar en el que se elaboran las probetas a caracterizar, se trata de un centro de transformación plástica que cuenta con una mezcladora y una inyectora aptas para este tipo de labores en el ámbito citado.

Los análisis se centran principalmente en la caracterización a fatiga de los tres sistemas, el estudio de su comportamiento y la evaluación de la influencia del relleno particulado sobre la matriz.

Se trata por tanto de un trabajo de investigación, del cual se esperan obtener conclusiones que contribuyan a la mejora de este material así como al conocimiento de su comportamiento.

4. CONTEXTO

En los últimos años los materiales poliméricos han cobrado gran importancia en todos los sectores. Esta línea de investigación se centra en el sector médico, en el cual los materiales poliméricos son de gran interés. Debido a su compatibilidad con el cuerpo humano, con estos materiales, no se requiere una segunda intervención, puesto que se degradan en el interior del cuerpo y éste los reabsorbe.

Los materiales biodegradables y biocompatibles se aplican en regeneración de tejidos, suturas, liberación de fármacos, implantes o parches. Debido al gran abanico de aplicaciones de estos materiales, se comienzan a estudiar una gran variedad de polímeros sintéticos y naturales. Uno de los polímeros biodegradable sintéticos que hoy en día se usan en aplicaciones médicas es la polilactida (PLA) y sus derivados.

Los polímeros al ser insertados en el cuerpo humano no pueden ser detectados por técnicas como los rayos X puesto que son transparentes a este tipo de radiación, porque en su estructura no cuentan con elementos de gran peso atómico. Para poder ser visibles a los rayos X se mezclan con compuestos de gran peso atómico, como el sulfato de bario (BaSO_4).

Las partículas de BaSO_4 en el polímero PLA permiten obtener un material radiopaco. Además, con la adición de este compuesto la tenacidad se ve considerablemente aumentada [1].

Sin embargo, el relleno con partículas afecta ligeramente a la tensión de fluencia de forma negativa y, consecuentemente, al comportamiento a fatiga del material. El aumento de tenacidad en el material no es suficiente ya que los ciclos de vida del mismo también es algo a tener en cuenta. Es sabido que las cargas variables con el tiempo son las causantes del fallo por fatiga y este fallo puede ocurrir por debajo de la tensión de rotura a tracción.

Para los materiales poliméricos existen diferentes comportamientos a fatiga. Al tratarse de materiales visco elásticos y poco conductores del calor, son mucho más sensibles a la frecuencia de sollicitación. Otras variables como la estructura del polímero, su peso molecular, los rellenos y su orientación, el grado de cristalinidad y el tiempo de envejecimiento juegan un papel importante en el comportamiento de estudio [2].

La fractura bajo cargas cíclicas consta de varios mecanismos en los que los más relevantes son la iniciación y la propagación de grietas. Retardando la iniciación y o incrementando la resistencia del polímero a la propagación de grietas, el comportamiento del polímero a fatiga debería mejorar.

5. OBJETIVOS Y ALCANCE

El propósito general de este proyecto es el estudio del comportamiento a fatiga del sistema radiopaco formado por PLLA y partículas de BaSO₄. Como ya se ha mencionado, se trata de un material novedoso que ofrece ventajas con respecto al polímero sin carga como son la posibilidad de visualizarlo mediante rayos X y su mayor tenacidad. Sin embargo, se desconoce su respuesta a fatiga. Por ello, la idea principal es obtener los datos suficientes para poder graficar curvas de fatiga uniaxial a tracción que permitan una primera aproximación a dicho comportamiento.

Para poder completar con éxito el proyecto se deben cumplir varios objetivos. En primer lugar, se ha de conseguir suficiente información junto con normas para realizar los ensayos dentro de unos estándares. Tras ello se han de conseguir las probetas. En este caso se opta por la elaboración de las mismas. Es uno de los objetivos el familiarizarse con el laboratorio de materiales, con las máquinas y los procesos de elaboración para obtener unas probetas adecuadas. Cuando todo lo anterior se ha realizado correctamente se pasa a describir y configurar los ensayos.

Por último, han de especificarse unos criterios para la elaboración de los gráficos y con ellos se pretende hacer una discusión de los resultados y obtener unas conclusiones.

A modo de resumen, se muestran a continuación los objetivos concretos del proyecto:

- Obtener un buen procesado de los compuestos para conseguir unas buenas propiedades mecánicas en las probetas.
- Caracterización a fatiga del PLLA, analizar el efecto del BaSO₄ y de la interfase de polidopamina.
- Estudiar y discutir dicho comportamiento.

Para definir correctamente el alcance del proyecto, en la siguiente página se procede a la presentación del esquema WBS. En este organigrama aparecen reflejados los principales apartados del proyecto, y debajo de cada uno de ellos las secciones que los componen. El proyecto general se ha dividido en los siguientes apartados:

1. Documentación
2. Probetas
3. Conformado
4. Control
5. Ensayos de fatiga
6. Resultados

1. El primero de ellos organiza lo relacionado con el lanzamiento de la investigación. Junto con el director del proyecto se decide qué información se ha de conseguir, las tareas a realizar y cómo se va a mantener la comunicación.

2. y 3. Los siguientes apartados tienen como objetivo la elaboración de las probetas.
4. Las probetas son evaluadas para garantizar su correcta elaboración.
5. Se procede al ensayo de probetas y la adquisición de datos.
6. Por último, se grafican los resultados y se evalúan.

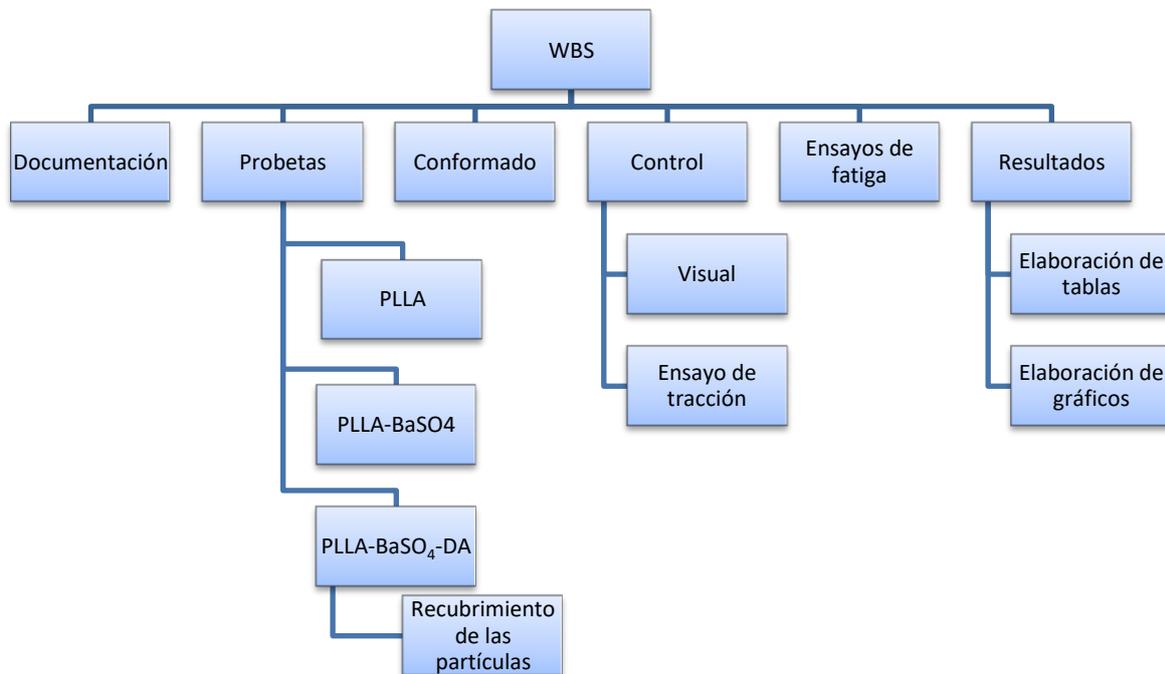


Ilustración 1. WBS.

6. BENEFICIOS DEL PROYECTO

En esta sección se presentan los distintos beneficios que se pueden obtener gracias a la realización de este proyecto. En concreto, se mencionan los ámbitos en los que este estudio resulta de interés.

6.1. Ámbito científico

El estudio de estos materiales novedosos resulta de gran interés debido a sus aplicaciones médicas. Se utilizan en la regeneración de tejidos, suturas y sujeción de huesos y presentan una buena respuesta en cuanto a la compatibilidad con el cuerpo humano y la degradación. Sin embargo, la falta de ductilidad es una de sus grandes limitaciones. Es por ello que la posibilidad de conseguir un comportamiento dúctil por medio de la adición de partículas es determinante ya que permite la obtención de unos sistemas idóneos en el ámbito citado.

Además, el estudio del comportamiento de dichos materiales a fatiga revela la posibilidad de implementar los mencionados dispositivos en la realidad.

6.2. Ámbito social

La implantación de estos materiales en la medicina y en concreto en la elaboración de prótesis y sujeciones óseas supone un avance en cuanto a la calidad de vida de los pacientes. El hecho de que estos materiales sean radio-opacos y además permitan deformaciones mayores facilitan en gran medida las intervenciones y los posibles problemas. Gracias a las dos cualidades señaladas, es posible controlar el estado de los mismos e intervenir sin llegar a un fallo catastrófico. Además, no es necesaria una segunda intervención para retirarlos ya que se degradan en el propio cuerpo.

6.3. Ámbito económico

La posibilidad de eliminar una segunda intervención así como facilitar el seguimiento del dispositivo desde el exterior suponen un abaratamiento en los costes médicos bastante reseñables.

7. ESTADO DEL ARTE

Con el desarrollo de los materiales poliméricos, especialmente los biopoliméricos se han conseguido grandes avances científicos y tecnológicos, especialmente en el área de la biomedicina. Durante muchos años en la medicina se han utilizado materiales metálicos y cerámicos para esta aplicación, aunque cada día más implantes son realizados con materiales poliméricos. Como ya se ha comentado anteriormente uno de los más empleado es el las PLA.

El PLA es un poliéster alifático termoplástico derivado de recursos renovables, de productos tales como almidón de maíz, tapioca o caña de azúcar. La síntesis de la lactida generalmente se suele obtener de la apertura del anillo dímero cíclico del ácido láctico.

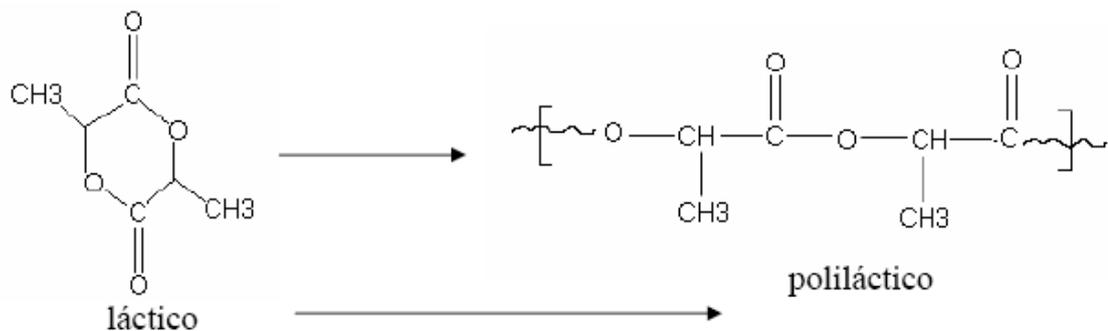


Ilustración 2. Síntesis del PLA.

La lactida existe en forma de dos isómeros ópticos, el D y el L. El monómero cíclico tiene dos carbonos asimétricos por lo que es factible preparar polímeros con diferentes tacticidades. La L-lactida (PLLA) y el D-lactida (PDLA) son dos polímeros estereorregulares. Su diferencia está en que la configuración de su estructura es diferente. Por otro lado se encuentra el poli (D,L-láctico) (PDLLA) que es un polímero amorfo, ya que está formado por los dos isómeros del ácido láctico con una distribución aleatoria, hecho que impide que la estructura sea cristalina.

Las polilactidas tienen alto módulo elástico (3GPa [3]) y tensión de fluencia (50-70MPa [3]) pero baja elongación a la rotura (5%-7%) lo que las convierte en materiales con comportamiento frágil. Es por ello que las estrategias para aumentar su tenacidad son tremendamente interesantes sobre todo cuando se trata de aplicaciones donde la seguridad es crítica, como por ejemplo dispositivos para la fijación de huesos.

Recientemente, las mejoras obtenidas en el ámbito de la impresión 3D han permitido la fabricación de diseños optimizados [4]. Estos diseños posibilitan mejoras en cuanto al diseño mecánico para soportar cargas añadiendo material en las zonas críticas. A su vez, permiten suficiente porosidad y permeabilidad para la encarnación y liberación biológica. Sin embargo, las propiedades estáticas y de fatiga no son aún muy conocidas.

Investigaciones recientes proponen como mecanismos para evitar los inconvenientes debidos a la fragilidad del PLA modificaciones como la copolimerización [5] y plastificación [1]. Sin embargo, algunos como la copolimerización no resultan económicos para ciertas

aplicaciones y la plastificación es un método temporáneo debido a la migración de los plastificantes en la matriz. Debido a las buenas propiedades de los poliuretanos también se plantean mezclas basadas en PLA y TPU [6] pero algunos de estos materiales son inmiscibles en las polilactidas y son necesarios agentes compatibilizadores.

Otros estudios recientes sobre la incorporación de partículas submicrónicas de sulfato de bario [1] han concluido que con un 10% de partículas de BaSO_4 la tenacidad puede aumentar en 1647 veces con un incremento de la elongación a rotura del 3338%. Este comportamiento del compuesto PLLA- BaSO_4 supone una mejora sustancial frente a la fragilidad que este material presenta en aplicaciones médicas.

Todo apunta a que la adición de partículas a la matriz polimérica puede ser una de las estrategias más prometedoras. Bajo esfuerzos uniaxiales, las partículas rígidas que actúan como concentrador de tensiones son despegadas (debonding) de la matriz, dejando huecos libres en ella y activando el mecanismo shear yielding¹ [7]. Cuando las partículas tienen un tamaño adecuado y una buena adhesión con la matriz, se logra un aumento en el módulo elástico y en la elongación [8], [9].

Sin embargo, el relleno con partículas afecta ligeramente a la tensión de fluencia y, consecuentemente, al comportamiento a fatiga del material. Es sabido que las cargas variables con el tiempo son las causantes del fallo por fatiga y este fallo ocurre por debajo de la tensión de rotura a tracción. El aumento de tenacidad en el material a priori no parece determinante para el comportamiento a fatiga, pero la capacidad de deformación que muestra el material compuesto hace pensar que puede influir en el mismo.

Existen números estudios a tracción y compresión y recientemente autores como T. H. Smith y L. E. Govaert [10] han realizado investigaciones sobre la duración de este material con modelos que estiman el tiempo de vida bajo sollicitaciones a compresión. Sin embargo, es difícil encontrar artículos que citen el comportamiento a fatiga a tracción. Por ello, resulta muy interesante dicho estudio ya que aporta información novedosa sobre el comportamiento de este sistema.

¹ El shear yielding es un mecanismo de activación de deformación plástica.

8. DESCRIPCIÓN DE LA METODOLOGÍA

El siguiente apartado recoge la metodología seguida a lo largo de toda la investigación. Desde el proceso de documentación para un correcto desarrollo experimental hasta la elaboración de unos gráficos que representen el comportamiento observado del material.

Para un análisis más completo, que nos permita comparar las posibles diferencias entre el polímero solo y el mezclado con partículas de sulfato de bario, se requiere ensayar a fatiga varios sistemas. El primero, formado por probetas de PLLA y el segundo, compuesto por PLLA Y partículas de BaSO₄. Con intención de observar diferencias con el caso anterior, se realiza un tercer sistema formado por PLLA y partículas de BaSO₄ pero en este caso recubiertas con polidopamina².

De cada sistema se ensayan probetas a diferentes tensiones y se anota el número de ciclos resistido para cada probeta y nivel de tensión. Una vez se han obtenido todos los datos se grafican las curvas de tensión duración con los puntos anotados de cada sistema. El estudio se completa con la superposición de todos los gráficos y una interpretación de dichos resultados con las correspondientes conclusiones.

En primer lugar se procede a analizar el tipo de ensayo que se quiere realizar. Para ello se utiliza la norma ASTM D7791 – 12. Seguidamente, se crea de una base de datos (Refworks) con la que compartir artículos de interés con el profesor responsable de la investigación. Al mismo tiempo que se recoge información, se conforman los distintos sistemas de probetas. Una vez comprobado que las probetas se han realizado correctamente se pueden ensayar a fatiga.

Las probetas utilizadas son de sección rectangular con forma “hueso de perro” (ASTM D638), ver [Anexo II](#). Se ha optado por la elaboración de las mismas mediante inyección ya que este es el mejor método disponible a la hora de conseguir unas buenas propiedades. Además, al inyectar, los refuerzos salen orientados.

² La dopamina es una sustancia muy empleada en el campo de los materiales compuestos. Se utiliza para cubrir los refuerzos y así mejorar la adhesión con la matriz. Además, posee la capacidad de mejorar la dispersión.

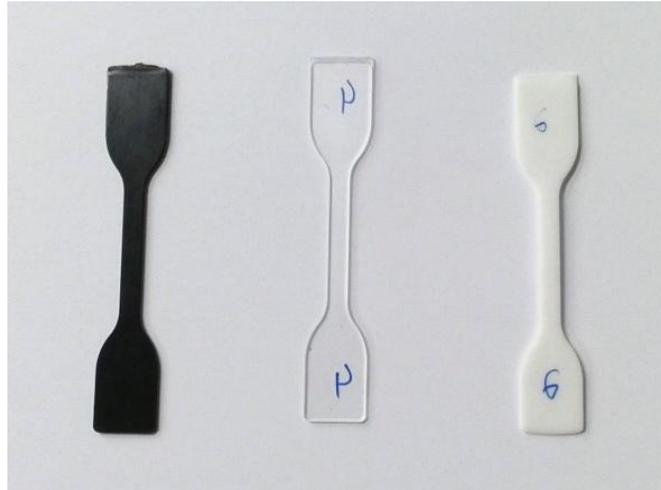


Ilustración 3. Probetas de los tres sistemas a analizar. En el centro PLLA, a la derecha PLLA-BaSO₄ y a la izquierda PLLA-BaSO₄ con Dopamina.

Para cada uno de los tres sistemas, se realizan ensayos a 4 niveles de tensión: al 80%, 70%, 60% y 50% de la tensión de fluencia. Se escoge una frecuencia dentro de los valores recomendados (1Hz) y al menos se ensayan tres muestras para cada nivel de tensión y sistema.

8.1. Elaboración de las probetas

Se realiza en el laboratorio de Transformación Plástica partiendo de PLLA comercial (100000g/mol) suministrado por PURAC BIOCHEM y BaSO₄ y Dopamina por Sigma-Aldrich. El proceso para la elaboración de las probetas comienza con el mezclado de los materiales en una mini mezcladora Xplore DSM Vertical modelo 5. Seguido, mediante inyección con una maquina Micro Injection Moulding Machine 10cc se obtienen las probetas.

Para el tercer sistema, que cuenta con partículas recubiertas con polidopamina, la elaboración sigue el mismo esquema pero antes de mezclar los materiales se recubren las partículas de sulfato de bario.

A continuación se representan los diagramas de proceso para la elaboración de las probetas. La primera imagen se corresponde con los sistemas de PLLA Y PLLA-BaSO₄ y la segunda con el proceso para las probetas con partículas recubiertas. Seguido, se explica con detalle cada uno de los pasos.

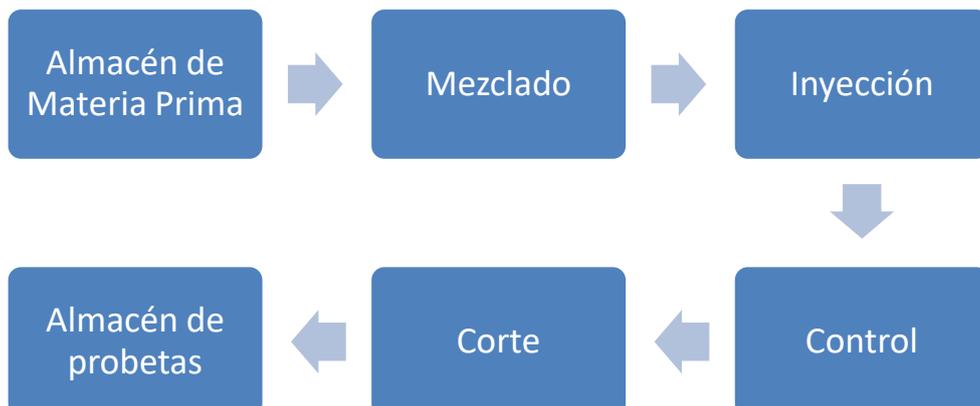




Ilustración 5. Proceso de elaboración PLLA-BaSO₄ recubierto.

En el [Anexo II](#) se adjunta una tabla con las cantidades empleadas. Los sistemas compuestos constan de un 10% en peso de partículas.

8.1.1. Preparación del recubrimiento

Este paso junto con los dos siguientes (filtrado y secado) se realizan únicamente para la elaboración del tercer tipo de probetas; aquellas formadas por PLLA y partículas de BaSO₄ recubiertas con polidopamina.

Se prepara una disolución con dopamina a pH moderadamente básico (8,5). La dopamina, al ser oxidada, polimeriza y recubre las partículas que se encuentran sumergidas en la disolución.

0,5L de agua destilada se someten a agitación. Se añaden 0,6057g de Buffer trizma base y se ajusta el pH a 8,5 mediante una disolución de HCl 1M. Se añade un gramo de dopamina y se espera durante media hora hasta que oxide. Por último se añaden 2 gramos de partículas para que sean recubiertas. Se mantiene en agitación durante 24 horas.



Ilustración 6. Tres disoluciones de dopamina en proceso de oxidación.

8.1.2 Filtrado

La disolución resultante se filtra utilizando un Kitasato, una bomba de vacío, un embudo Buchner y filtros de papel.

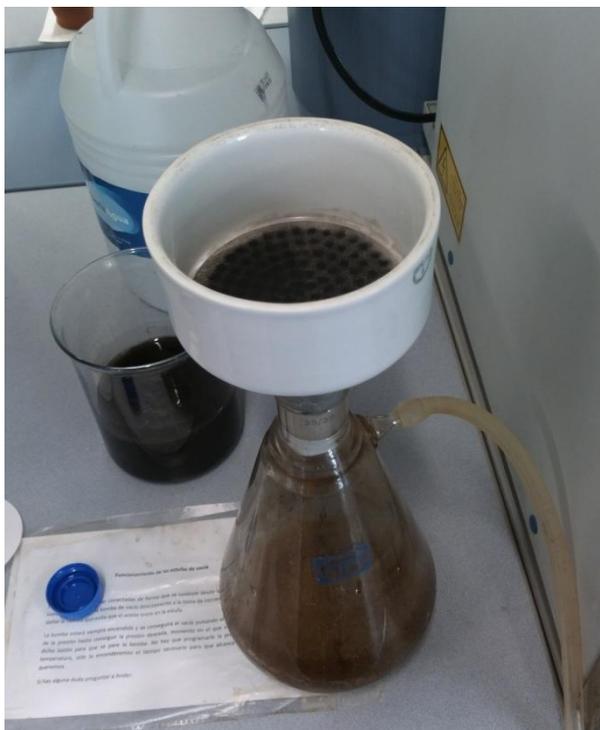


Ilustración 7. Filtrado.

8.1.3 Secado

Los filtros con las partículas recubiertas mojadas se introducen en un horno de vacío durante 3 días a 50°C. Una vez secos, se rascan para separar las partículas recubiertas.



Ilustración 8. Partículas recubiertas separadas del filtro.

8.1.4. Mezclado

El mezclado se realiza en una mini mezcladora Xplore DSM Vertical modelo 5. En ella se introducen 12 gramos de material por lote con los dos tornillos girando en el mismo sentido (70rpm) y con la misma temperatura en todos los puntos de extrusión (210°C). Una vez se ha introducido todo el material, se mantiene la mezcla a 150 rpm durante 2 minutos para el caso de PLLA solo y 5 minutos para los sistemas con relleno.

8.1.5. Inyección

Esta operación se comienza llenando la pistola con el material que se encuentra ya mezclado. Para ello se coloca en la mezcladora (Micro Injection Moulding Machine 10cc) y se sujeta el vástago con intención de guiarlo y así evitar que entre aire. Los 12 gramos de material mezclado se introducen de una vez en la pistola.

Para rellenar completamente el molde y conseguir unas buenas probetas es importante fijar bien las presiones y temperaturas de los distintos elementos y pasos en la inyectora. En la tabla siguiente se resumen los parámetros utilizados en la elaboración de este trabajo.

Parámetros de inyección			Set process					
Sistema	T molde	T pistola	P1 (bar)	t1 (s)	P2 (bar)	t2 (s)	P3 (bar)	t3 (s)
PLLA	50 °C	210 °C	16	6	16	6	16	1
PLLA con partículas	50 °C	210 °C	16	7	16	6	16	3

Tabla 1. Parámetros de inyección.

Con una pistola (12g) se obtienen entre 6 y 8 probetas. Cada uno de estos lotes es almacenado en una bolsa identificada con la fecha de elaboración, número de lote y parámetros de las máquinas. En cada bolsa cada probeta va numerada por su orden de obtención.

8.1.6. Control

Para validar las probetas elaboradas, una de cada lote se ensaya a tracción. Como ya se ha comentado anteriormente, las polilactidas presentan un comportamiento frágil. Sin embargo, en presencia de partículas de sulfato de bario y con una dispersión homogénea [1] se activa el mecanismo de despegado (debonding) y shear yielding permitiendo grandes deformaciones antes de su rotura. Lo ideal sería realizar una microscopía electrónica de transmisión (TEM) para verificar la dispersión homogénea de cada probeta. Este procedimiento resulta inviable para un proyecto de estas características.

Por tanto, para las probetas de PLA, son validadas aquellas que presentan un comportamiento frágil. En cuanto a las que contienen relleno particulado, se dan por buenas aquellas cuyo lote contiene al menos una probeta con comportamiento dúctil. A continuación se muestran tres curvas de tensión deformación obtenidas con la máquina de ensayos Instron 5565 durante el control. Célula de carga de 500 N y velocidad de desplazamiento de 5 mm/min. En rojo resultados de probetas con comportamiento frágil y en verde comportamiento dúctil de un probeta con relleno.

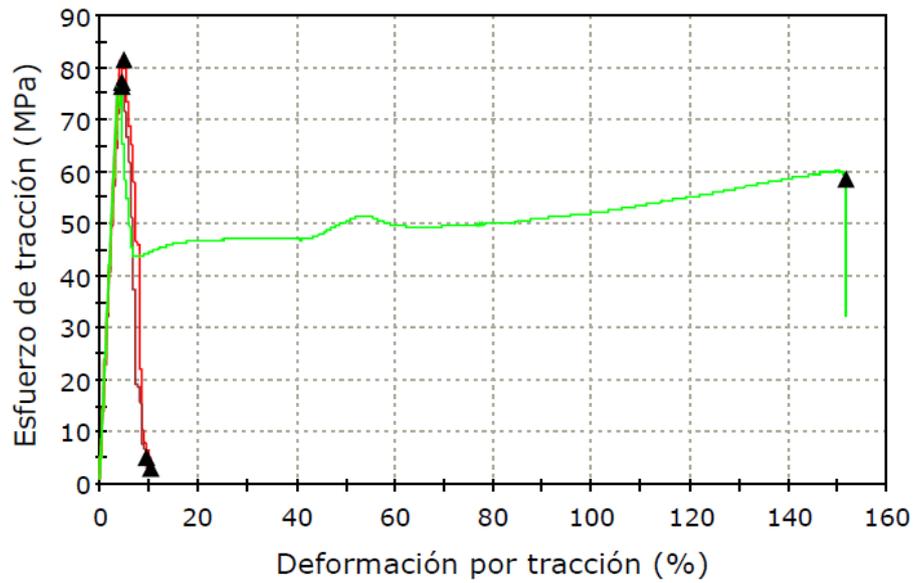


Ilustración 9. Curvas de tensión deformación.

Además, ha de comprobarse visualmente que las probetas se encuentran enteras y no presentan rechupes en la zona central. En caso de no satisfacer las condiciones mencionadas se varían las condiciones del proceso de elaboración de las probetas.



Ilustración 10. Rechupe en probeta.

Seguido se presenta el diagrama de control de calidad explicado:

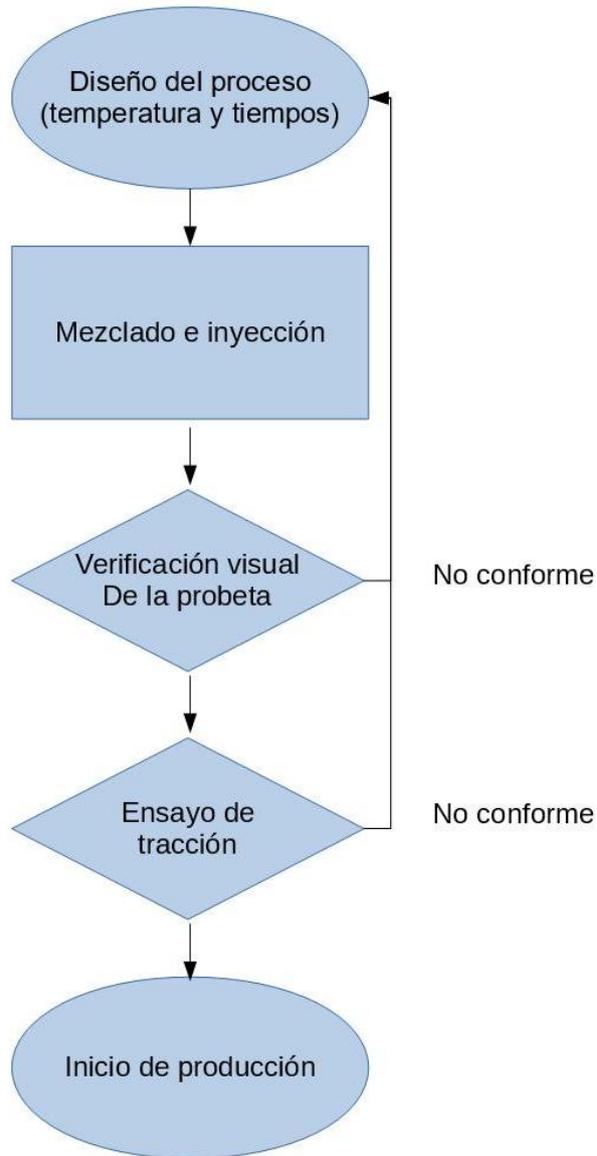


Ilustración 11. Diagrama de calidad

8.1.7. Corte

Para facilitar el ajuste de las muestras en la máquina de fatiga se cortan todas ellas empleando una guillotina. En el [Anexo II](#) se muestran los cortes a realizar.

8.2. Ensayos de fatiga

Los ensayos de fatiga a tracción se realizan en una BOSE Electrofoce 3200. La sollicitación a tracción del ensayo consiste en un seno con tensión media no nula y positiva, como se observa en la siguiente ilustración. Con esto se pretende evitar que la muestra sea sometida a

cualquier esfuerzo de compresión. Para todos los ensayos se fija una fuerza mínima de tracción de 12N y en función del nivel del ensayo (80%, 70%, 60% ó 50%) se varía la fuerza máxima, también de tracción.

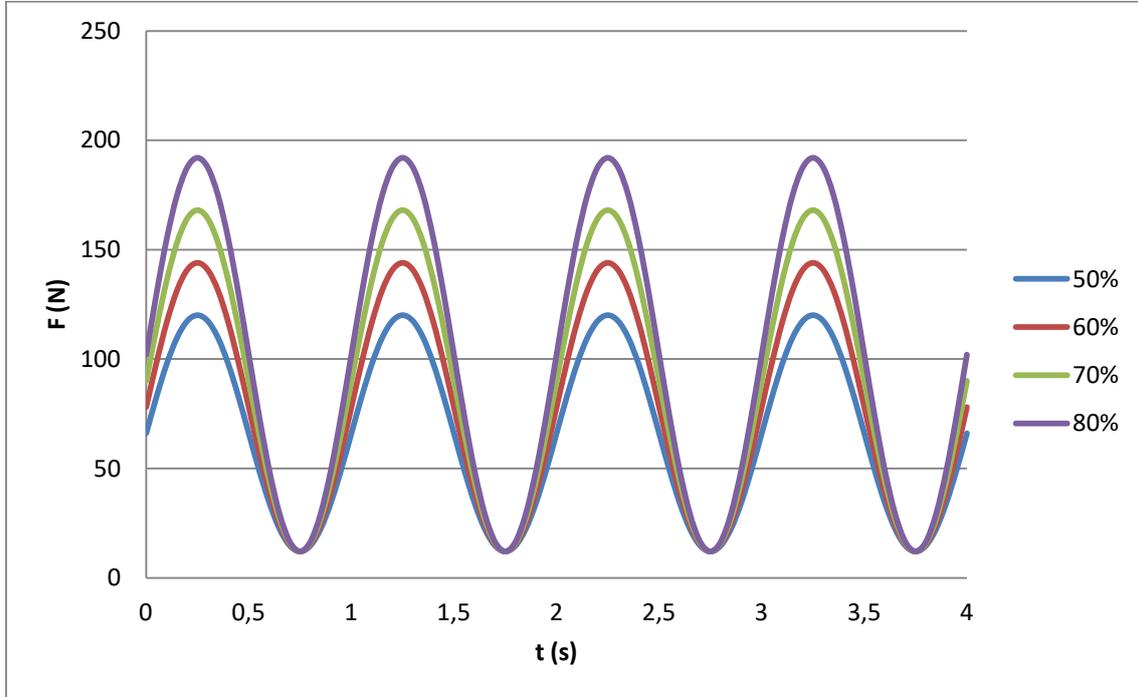


Ilustración 12. Gráfico de solicitaciones a tracción en fatiga.

Teniendo en cuenta la tensión de fluencia del material [3], la sección central de la probeta (4 mm²) y los niveles del ensayo, en la siguiente tabla se recogen los parámetros para todos los niveles de tensión estudiados.

Nivel	F máx.	F min.	σ máx.	σ min.	σ media	σ alterna
80%	192 N	12 N	48 MPa	3 MPa	25,5 MPa	22,5 MPa
70%	168 N	12 N	42 MPa	3 MPa	22,5 MPa	19,5 MPa
60%	144 N	12 N	36 MPa	3 MPa	19,5 MPa	16,5 MPa
50%	120 N	12 N	30 MPa	3 MPa	16,5 MPa	13,5 MPa

Tabla 2. Solicitaciones de fatiga.

Frecuencia de 1 Hz en todos.

8.2.1. Toma de datos

Para efectuar la toma de datos de manera ordenada se elaboran unas tablas a rellenar durante la fase experimental de fatiga. Disponible en el [Anexo II](#). Cada ensayo es anotado en una casilla con las siguientes especificaciones: duración, tipo de sistema, nivel de sollicitación, lote, número de probeta y fecha de ensayo.

Una vez finalizada la adquisición de datos se procede a la creación de una hoja de Excel que engloba todos los datos mencionados en los apartados anteriores. Se incluye en ellas una columna para la tensión alterna equivalente en duración cuya función se explicará al final de este apartado. También se anota la información correspondiente a cada probeta: el número de probeta, el lote al que pertenece, las fechas de elaboración y ensayo e información sobre posibles incidentes durante toda la fase experimental. Estas tablas se encuentran recogidas en el [Anexo III](#).

8.2.2. Gráficos

Los resultados se representan en diagramas de tensión frente al número de ciclos hasta la rotura para cada una de las probetas. Esta representación se lleva a cabo atendiendo a diferentes criterios. A continuación se listan los distintos gráficos realizados para cada uno de los tres sistemas. Todos los gráficos están recogidos en [Anexo III](#).

1. Tensión máxima-número de ciclos.
2. Tensión alterna equivalente en duración-número de ciclos.
3. Tensión máxima-logaritmo de número de ciclos.
4. Tensión alterna equivalente en duración-logaritmo de número de ciclos.
5. Logaritmo de tensión máxima-logaritmo de número de ciclos.
6. Logaritmo de tensión alterna equivalente en duración-logaritmo de número de ciclos.

Para la elaboración de unos gráficos más sencillos a la hora de trazar las rectas, se realiza el promedio de la duración de cada sistema para cada nivel de tensión. Es decir, se obtienen cuatro valores de duración para el sistema formado por PLLA (duración al 80%, duración al 70%, duración al 60% Y duración al 50%), otros cuatro para el sistema PLLA- BaSO₄ y otros cuatro para el sistema PLLA- BaSO₄ con polidopamina. También se grafican los tres sistemas juntos en los seis tipos de gráficos listados.

Para concluir con este apartado, se da una breve explicación sobre la equivalencia de tensiones utilizada en algunos de los gráficos.

Tensión alterna equivalente en duración (σ_N): tensión alterna con la que se obtiene la misma duración que con una tensión media (σ_m) y una tensión alterna (σ_r) concretas. Para calcularla es necesario escoger un criterio de fallo. Los criterios de fallo son relaciones sencillas entre la tensión media y la tensión alterna. El más conservador es el criterio de Soderberg. Su relación es la siguiente:

$$\frac{\sigma_r}{\sigma_N} + \frac{\sigma_m}{\sigma_{yp}} = 1$$

En el diagrama de Haigh³, el criterio de Soderberg se representa de la siguiente manera:

³ Diagrama que representa los valores de tensión media frente a los de tensión alterna.

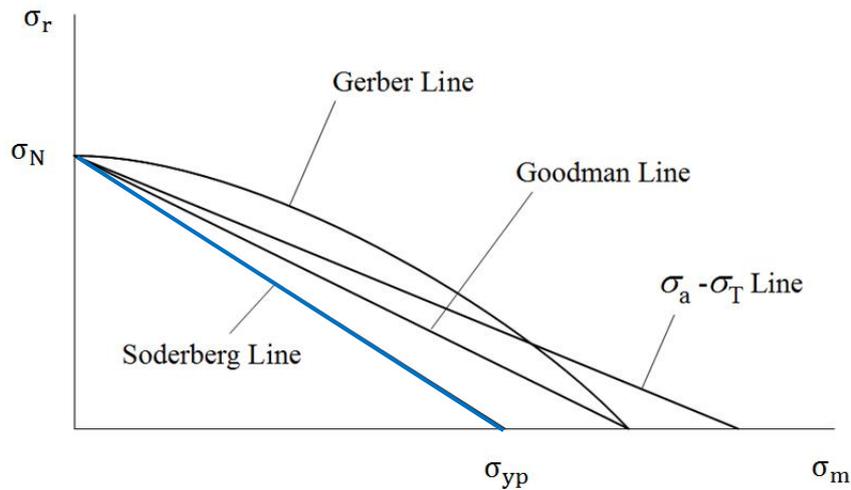


Ilustración 13. Criterios de fallo.

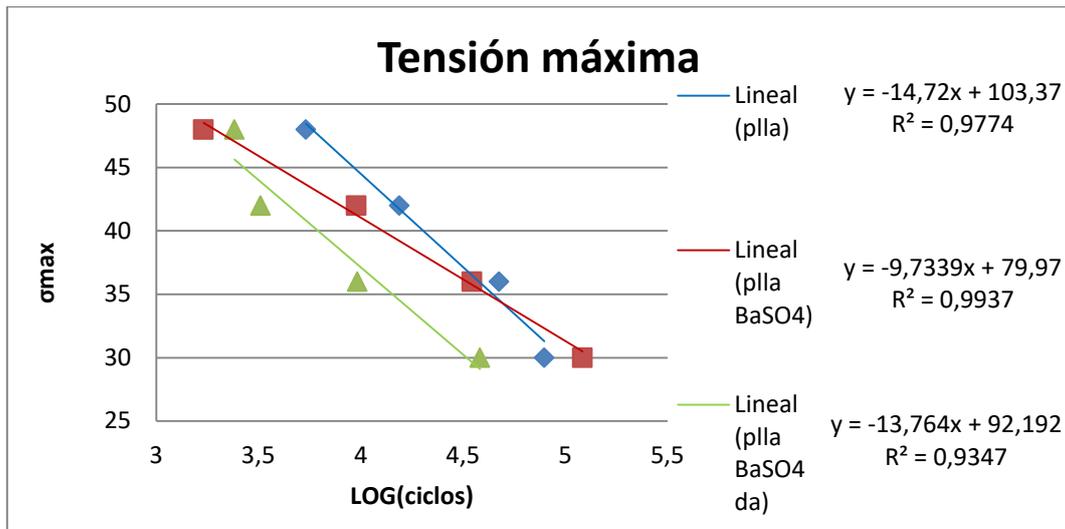
La línea de Soderberg contempla todos los puntos con la misma tensión alterna (σ_N). Por tanto, despejando de la ecuación anterior se obtiene la tensión alterna equivalente en duración:

$$\sigma_N = \frac{\sigma_{yp} + \sigma_r}{\sigma_{yp} - \sigma_m}$$

9. ANÁLISIS DE DATOS

Para comenzar con el análisis de datos se van a utilizar las gráficas conjuntas en las que aparece el comportamiento de los tres sistemas. Ha de comentarse que para todos los sistemas se observa un comportamiento lineal cuando en el eje de coordenadas se introducen los valores de ciclos en escala logarítmica. Como era de esperar, en los tres sistemas se observa una disminución en el número de ciclos a medida que aumenta el nivel de sollicitación. Sin embargo, las rectas de los tres sistemas resultan claramente diferenciables debido a sus diferentes pendientes y sus desplazamientos con respecto a las demás. A continuación se describen dichas diferencias y en el siguiente apartado interpretan estos resultados y se discute el efecto del relleno sobre la matriz.

Como ya se ha comentado anteriormente, se han utilizado varios criterios a la hora de graficar las curvas de tensión-ciclos. Dada la similitud entre todos los tipos de gráficos y teniendo en cuenta la norma ASTM D7791 – 12 seguida a lo largo de este trabajo, para este análisis se ha optado por la gráfica en la que se representa la tensión máxima frente al logaritmo del número de ciclos.



Se puede observar tanto en este gráfico como en las tablas que recogen todos los datos de fatiga que para una sollicitación del 80% de la tensión de fluencia el PLLA solo presenta el mayor número de ciclos de los tres sistemas. En cuanto a los dos sistemas con partículas cabe destacar que a esa misma sollicitación presentan una duración cercana entre ellos.

A medida que la sollicitación disminuye se comienza a observar que el comportamiento de las probetas con sulfato de bario mejora. Mientras que la recta del sistema de PLLA- BaSO₄ recubierto se mantiene prácticamente paralela a la del sistema sin partículas, el segundo sistema, PLLA- BaSO₄, refleja un aumento en la duración a rotura. Para una sollicitación del 60% (35 MPa de tensión máxima) los ciclos a rotura de este sistema alcanzan al número de ciclos del PLLA sin partículas. A partir de este valor, las probetas con sulfato de bario resultan tener un mejor comportamiento a fatiga que las pertenecientes a los otros dos sistemas.

9.1. Discusión

9.1.1. Dispersión

Como se ha podido comprobar con los ensayos de tracción realizados, para el sistema formado por PLLA y partículas de BaSO₄ el relleno ha sido homogéneamente dispersado. Por tanto, las propiedades físicas del compuesto serán directamente relacionadas con la dispersión del BaSO₄ en la matriz y las interacciones entre el polímero y el relleno inorgánico. Sin embargo, para el tercer sistema, con partículas recubiertas con dopamina, esta buena dispersión no se puede asegurar. Este tercer sistema es analizado más adelante.

9.1.2. Adhesión

Para evaluar la adhesión entre las partículas y la matriz resultan útiles los ensayos de tracción realizados a este tipo de probetas. Estudios anteriores [1] muestran una ligera disminución en la resistencia a tracción cuando partículas de BaSO₄ son añadidas. Este hecho se ha podido comprobar en los ensayos a tracción realizados para la validación de probetas. La disminución en la resistencia a tracción es debida a una adhesión insuficiente entre la matriz y

el relleno. La discontinuidad impide la transferencia de tensión a las partículas y los huecos originados son los causantes de una resistencia menor [11].

En cambio, con el sistema formado por partículas recubiertas se observa un aumento en la tensión de fluencia (superior a 70 MPa) debido a una mejor adhesión. Esto se observa en la siguiente ilustración. En compuestos formados por PVDF y partículas de BaTiO₃ recubiertas con polidopamina también se ha observado este comportamiento [12].

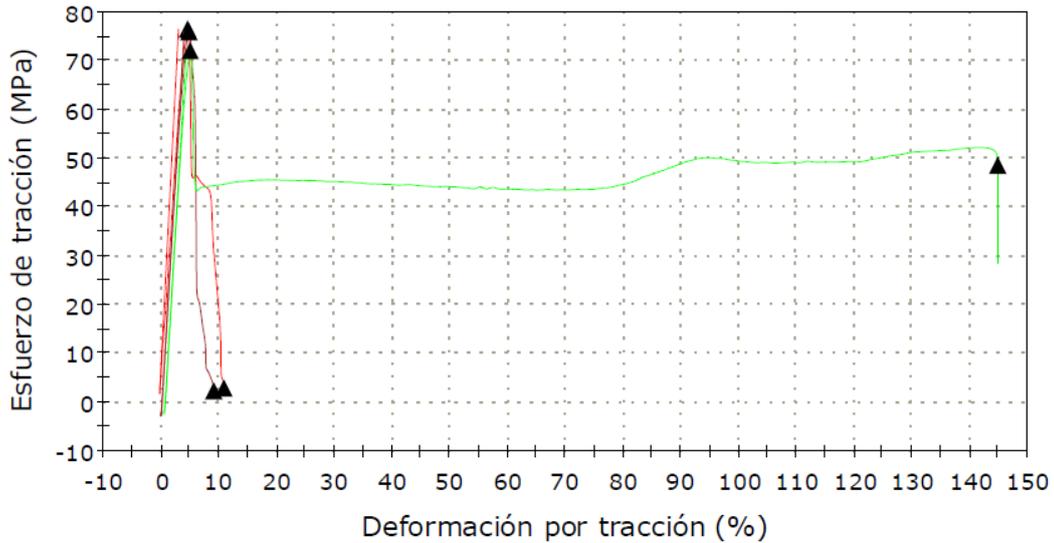


Ilustración 14. Ensayo de tracción. Validación de probetas con partículas recubiertas.

9.1.3. Efecto de las partículas

Las partículas rígidas actúan como discontinuidades en la matriz polimérica y por tanto pueden ser consideradas como defectos presentes en la estructura del polímero [13]. En comparación con el sistema formado únicamente por PLLA, se ha podido observar que existe una evidente disminución en el comportamiento a fatiga. No obstante, para evaluar esta diferencia es necesario analizar la situación. Es sabido que la creación y propagación de grieta son dos mecanismos causantes del fallo a fatiga. Para tensiones elevadas, aproximadamente la mitad de la duración en fatiga se emplea en la creación de grieta mientras que la otra mitad está dedicada a la propagación de la misma [14]. A solicitaciones menores se invierte más en la iniciación que en la propagación de las mismas. A continuación se muestra un gráfico que representa este comportamiento.

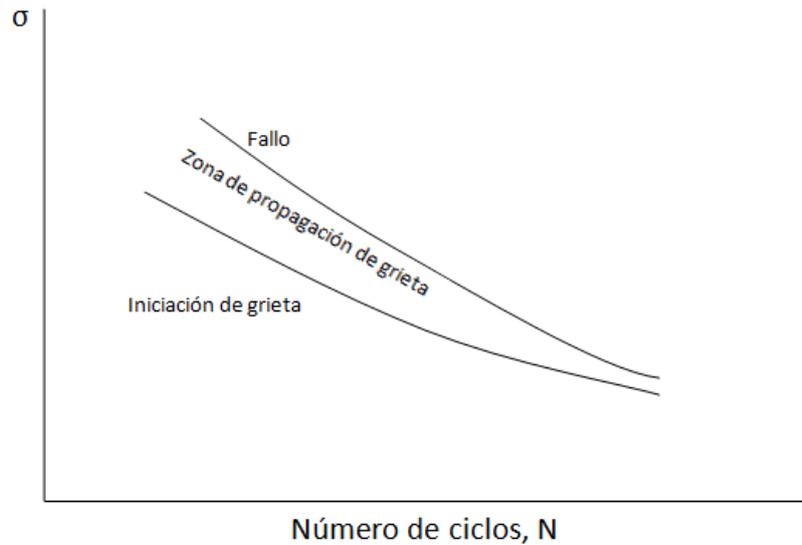


Ilustración 15. Iniciación y propagación de grieta.

Se ha comentado al principio del apartado que el sistema PLLA-BaSO₄ puede ser considerado como un sistema que cuenta inicialmente con defectos. Por tanto, en este sistema todos los ciclos son dedicados a la propagación de estos defectos. En sistemas como este en el que existe una adhesión pobre entre la matriz y las partículas, el despegado de la matriz ocurre con facilidad produciendo micro-cavidades que crecen propagándose hasta la fractura [11].

Si observamos los valores medios de ciclos soportados obtenidos en la siguiente tabla podemos sacar las siguientes conclusiones:

%	Ciclos de vida		
	PLLA	PLLA- BaSO ₄	PLLA- BaSO ₄ -DA
80%	5.389	1.701	2.411
70%	15.441	9.505	3.236
60%	47.426	34.960	9.623
50%	78.911	12.1271	38.250

Tabla 3. Valores medios de ciclos.

Para solicitaciones elevadas, del 80% se observa como los ciclos del segundo sistema son inferiores a la mitad de la del sistema PLLA. Esto puede ser debido a que las cavidades ya existentes desencadenan la fractura.

Sin embargo, para niveles más bajos de tensión el sistema con partículas mejora incluso superando el número de ciclos del propio polímero al 50% de la tensión de fluencia.

Considerando que en el sistema particulado el proceso de creación de grietas no ha consumido ciclos de vida, se puede concluir que la duración de este sistema es superior a la del PLLA para los niveles de tensión 70%, 60% y 50%. Esto se observa en la siguiente tabla en la que se muestra el cálculo de la propagación de grieta para los dos primeros sistemas. Para el PLLA se considera que la mitad de los ciclos son empleados en la propagación. Para el segundo sistema, como ya se ha mencionado anteriormente, se considera que todos los ciclos se invierten en la propagación. Dividiendo los ciclos del segundo sistema entre los del primero se obtiene el número de veces en el que se superan los ciclos del material solo en el sistema con partículas.

%	Propagación de grieta		
	PLLA	PLLA-BaSO4	MEJORA
80%	2.695	1.701	0,631
70%	7.720	9.505	1,231
60%	23.713	34.960	1,474
50%	39.456	121.271	3,074

Tabla 4. Valores de propagación de grieta.

Al 70% se observa una mejora con respecto a las probetas con solo PLLA. Cabe destacar que al 50% el número de ciclos del mecanismo de propagación de este sistema es tres veces superior al del PLLA. El aumento de la duración de ciclos total es debido a que el efecto de la plastificación alrededor de la grieta predomina por encima del crecimiento de grieta para los mencionados niveles de tensión. Esto es, la plastificación del polímero debido a la presencia de las partículas dificulta la propagación de la grieta, retrasando la rotura del material por fatiga.

9.1.4. Degradación o envejecimiento

Durante la realización de los ensayos se ha observado que un mismo lote de probetas ensayado a la misma tensión experimenta una disminución en el número de ciclos soportados a medida que el número de probeta aumenta. Las probetas han sido numeradas en orden de obtención. Siendo inyectadas una a una, la probeta número uno es la primera en inyectarse y por tanto la que menos tiempo ha estado en la pistola de la inyectora y la número siete u ocho la que más tiempo ha estado en la pistola a 210°C. El tiempo suficiente en la pistola a temperatura elevada puede provocar la degradación del polímero.

A raíz de estos resultados se decide elaborar los diagramas del final del [Anexo III](#) en los que se representan los ciclos frente al número de probeta para distintos lotes. En la mayoría de ellos se observa el mencionado comportamiento. Cabe destacar que este efecto es menos notorio en el caso del segundo sistema, PLLA con partículas si recubrir, de hecho, la regresión de este segundo sistema es mayor que la de los otros dos. Esto es debido a que los rellenos inorgánicos y en concreto el BaSO₄ mejora la estabilidad térmica del material compuesto y la degradación [15]. En el tercer sistema, al observarse una mayor variabilidad puede concluirse que el recubrimiento de polidopamina neutraliza este efecto.

9.1.5. Recubrimiento

Al añadir al sistema un recubrimiento de polidopamina en las partículas entra en juego una nueva variable. En esta situación existe una mayor incertidumbre desde el momento que se recubren las partículas:

- Se desconoce si el recubrimiento ha cogido una sola partícula o varias.
- No se puede asegurar la dispersión homogénea del relleno resultante.

La polidopamina se emplea para mejorar la dispersión de los rellenos [11]. Sin embargo, el $BaSO_4$ posee una excelente capacidad de dispersión. Tras los ensayos a tracción realizados para validar las probetas se puede intuir que el recubrimiento perjudica esta situación. En algunos de ellos se ha observado que el material inicia un mecanismo de deformación plástica pero que enseguida muestra una rotura propia de una aglomeración del relleno.



Ilustración 16. Rotura a tracción por aglomeración.

Por todas estas razones resulta complicado obtener unos resultados concluyentes para el tercer sistema.

Por último, ha de mencionarse que se han elaborado otros seis gráficos conjuntos considerando que en este último sistema existe un cambio de pendiente en la gráfica de tensión duración. Sin embargo, al no disponer de datos a tensiones aún más bajas no es posible cerciorar este hecho.

10. DESCRIPCIÓN DE TAREAS. GANTT

El siguiente apartado recoge la planificación de la investigación. Partiendo de la estructura de descomposición del proyecto (véase WBS), teniendo en cuenta la fase previa bibliográfica, el desarrollo experimental con las pruebas y los ensayos y el análisis de los resultados, se realiza una lista con las actividades principales que componen el proyecto. Esta definición de los paquetes de trabajo incluye la siguiente información: breve descripción, duración y dependencia. Por último, se realiza una representación gráfica (diagrama de Gantt).

10.1. Listado y descripción de las Tareas

PT.1. Fase previa

T.11. Propuesta

Descripción: determinación del proyecto con el director.	
Duración: 1 día	Predecesora: T.11

T.12. Búsqueda de normas

Descripción: búsqueda y elección de las normas necesarias para los ensayos a realizar.	
Duración: 4 días	Predecesora: T.12

T.13. Pedido de normas

Descripción: pedido de normas en la biblioteca de la facultad.	
Duración: 0 días (hito)	Predecesora: T.12

T.14. Creación de base de datos

Descripción: creación de una cuenta en la plataforma Refworks Proquest.	
Duración: 0 días (hito)	Predecesora: T.13

T.15. Recopilación de información

Descripción: búsqueda de artículos relacionados con la investigación.	
Duración: 10 días	Predecesora: T.14

PT.2. Fase experimental

T.21. Pruebas de elaboración de probetas

Descripción: pruebas de recubrimiento de partículas, mezclado e inyección.	
Duración: 10 días	Predecesora: T.15

T.22. Pruebas de ensayos

Descripción: pruebas de ensayos en las maquinas de tracción y fatiga.	
Duración: 2 días	Predecesora: T.21

T.23. Elaboración de probetas

Descripción: periodo de elaboración de todas las probetas a ensayar.	
Duración: 10 días	Predecesora: T.22

T.24. Ensayos

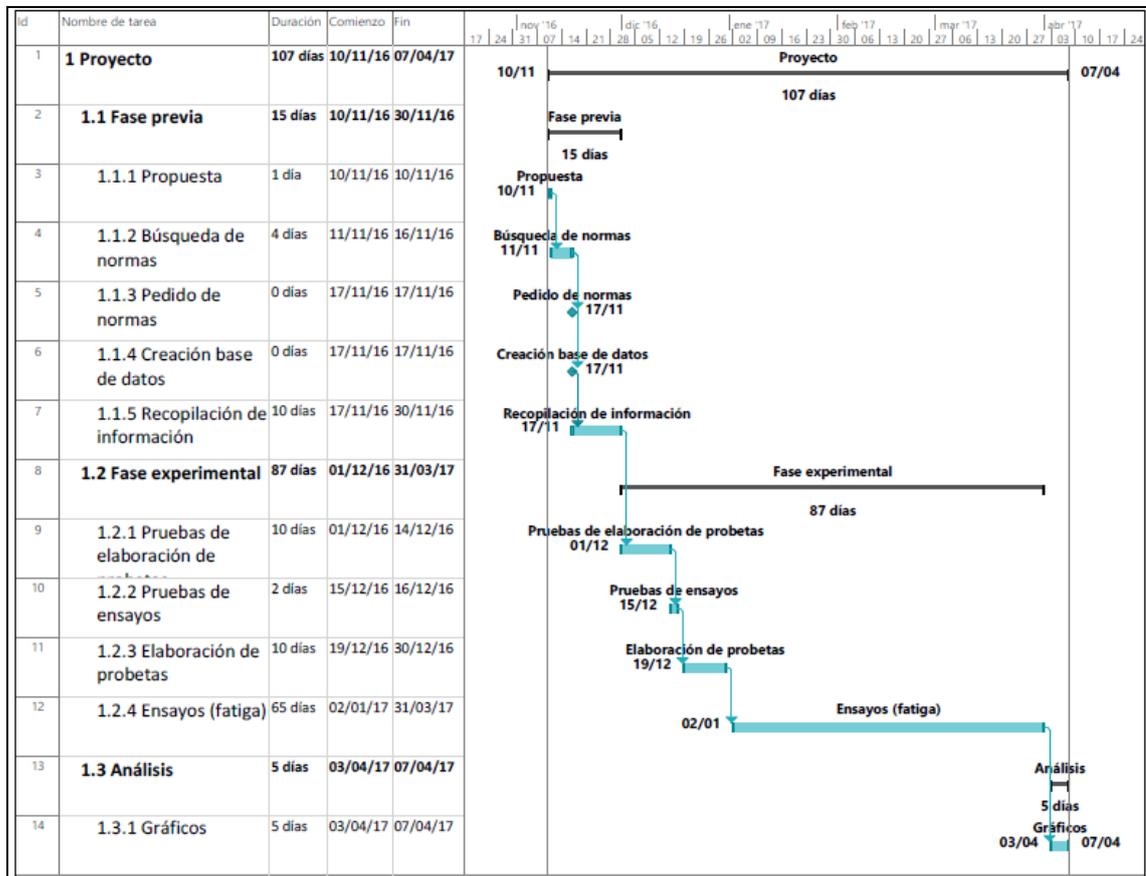
Descripción: periodo de ensayos en la máquina de fatiga.	
Duración: 65 días	Predecesora: T.23

PT.3 Análisis

T.31. Gráficos

Descripción: recopilación de datos en una hoja Excel y elaboración de los gráficos.	
Duración: 5 días	Predecesora: T.24

10.2. Diagrama Gantt



La duración del proyecto es de 107 días. Habiendo comenzado el 10 de noviembre del 2016 finaliza el 7 de abril del año siguiente.

11. DESCARGO DE GASTOS

El siguiente apartado recoge la forma en la que se han abordado el descargo de gastos de este proyecto. Partiendo de los datos obtenidos tras la elaboración de las probetas de ensayo, se realizan unos cálculos iniciales como son la eficiencia de las operaciones y las tasas horarias. A continuación se calculan los costes por pieza para los tres tipos de probeta. Teniendo en cuenta que las operaciones realizadas a lo largo de todo el trabajo son sucesivas y se pueden individualizar para cada probeta se ha optado por la realización de un descargo de gastos como si de un proceso de fabricación se tratara.

11.1. Datos de partida

Se parte de una serie de tablas donde se recogen todos los datos iniciales. Estas tablas se encuentran en el [Anexo II](#).

- Tabla 1: materiales y cantidades.
- Tabla 2: coste de las máquinas, potencia y vida útil.
- Tabla 3: procesos, producción y rechazos.
- Tabla 4: utillaje.
- Tabla 5: datos complementarios como son los costes eléctricos y costes del personal.
- Tabla 6: costes de los materiales.

11.2. Cálculos

- I. Producción real: utilizando los datos de producción y rechazo.
- II. Tasa horaria: sumando la amortización y el consumo eléctrico.
- III. Costes por pieza: suma de costes en materiales y proceso.

11.3. Costes totales

Teniendo en cuenta el número de probetas realizadas, los útiles empleados y las horas de gestión se calculan los costes totales:

Horas de gestión	Precio unitario	Nº Unidades	2.800,00 €
Ingeniero Junior	40,00 €	10	400,00 €
Ingeniero Sénior	80,00 €	30	2.400,00 €
Ensayos	Tasa unitaria	Nº Unidades	7.267,26 €
Sistema 1	64,84 €		1.815,62 €
Mano de obra	15,15 €	28	424,33 €
Materiales	10,29 €	28	288,00 €
Máquinas	39,40 €	28	1.103,28 €
Sistema 2	63,92 €		1.789,70 €
Mano de obra	15,15 €	28	424,33 €
Materiales	9,36 €	28	262,08 €
Máquinas	39,40 €	28	1.103,28 €

Sistema 3	65,39 €		3.661,95 €
Mano de obra	15,92 €	56	891,51 €
Materiales	9,62 €	56	538,56 €
Máquinas	39,86 €	56	2.231,89 €
Ordenador	1.000,00 €	1	1.000,00 €
Fungibles	3.000,00 €	1	3.000,00 €

COSTES DIRECTOS			14.067,26 €
Indirectos	7%		984,71 €
TOTAL			15.051,97 €

11.4. Costes por pieza

MATERIAL	Unidad	Nº Unidades	Precio Unit.	
PLLA		0,00171	6.000,00 €	10,29 €
PROCESO	Número	Tasa unit.	Piezas/unid.	
Mixing				0,63 €
DSM	1	1,57 €	65,88	0,02 €
Ingeniero Junior	1	40,00 €	65,88	0,61 €
Inyección				1,25 €
Ingeniero Junior	1	40,00 €	32,94	1,21 €
Inyectora	1	1,31 €	32,94	0,04 €
Tracción				10,31 €
Ingeniero Junior	1	40,00 €	4,00	10,00 €
Máquina	1	1,24 €	4,00	0,31 €
Fatiga				42,36 €
Ingeniero Junior	1	40,00 €	12,00	3,33 €
Máquina	1	2,81 €	0,07	39,03 €
COSTE UNITARIO				64,84 €

MATERIAL	Unidad	Nº Unidades	Precio Unit.	
PLLA		0,00154	6.000,00 €	9,26 €
BaSO4		0,00017	600,00 €	0,10 €
PROCESO	Número	Tasa unit.	Piezas/unid.	
Mixing				0,63 €
DSM	1	1,57 €	65,88	0,02 €
Ingeniero Junior	1	40,00 €	65,88	0,61 €
Inyección				1,25 €
Ingeniero Junior	1	40,00 €	32,94	1,21 €
Inyectora	1	1,31 €	32,94	0,04 €
Tracción				10,31 €
Ingeniero Junior	1	40,00 €	4,00	10,00 €

Máquina	1	1,24 €	4,00	0,31 €
Fatiga				42,36 €
Ingeniero Junior	1	40,00 €	12,00	3,33 €
Máquina	1	2,81 €	0,07	39,03 €
COSTE UNITARIO				63,92 €

MATERIAL	Unidad	Nº Unidades	Precio Unit.	9,62 €
PLLA		0,00154	6.000,00 €	9,26 €
BaSO4		0,00017	600,00 €	0,10 €
DA		0,00009	3.000,00 €	0,26 €
PROCESO	Número	Tasa unit.	Piezas/unid.	55,77 €
Recubrimiento				0,48 €
Ingeniero Junior	1	40,00 €	91,50	0,44 €
Mezclador	1	0,10 €	2,53	0,04 €
Filtrado				0,33 €
Ingeniero Junior	1	40,00 €	122,00	0,33 €
Bomba	1	0,07 €	122,00	0,00 €
Secado				0,41 €
Horno	1	0,31 €	0,76	0,41 €
Mixing				0,63 €
DSM	1	1,57 €	65,88	0,02 €
Ingeniero Junior	1	40,00 €	65,88	0,61 €
Inyección				1,25 €
Ingeniero Junior	1	40,00 €	32,94	1,21 €
Inyectora	1	1,31 €	32,94	0,04 €
Tracción				10,31 €
Ingeniero Junior	1	40,00 €	4,00	10,00 €
Máquina	1	1,24 €	4,00	0,31 €
Fatiga				42,36 €
Ingeniero Junior	1	40,00 €	12,00	3,33 €
Máquina	1	2,81 €	0,07	39,03 €
COSTE UNITARIO				65,39 €

Cabe destacar el peso que tiene la utilización de la maquinaria en este proyecto. Sobre todo en los ensayos a fatiga ya que se trata de un proceso de larga duración en comparación con los demás. También es de mencionar que el hecho de introducir relleno en las probetas tipo 2 y 3 abarata los costes de material.

12. ANÁLISIS DE RIESGOS

A la hora de afrontar el proyecto hay que tener en mente que hay una serie de riesgos e imprevistos que pueden retrasar, encarecer o incluso herir a algún operario. A continuación, se exponen dichos riesgos, así como una matriz Probabilidad-Impacto de los mismos.

12.1. Riesgos

Retraso en el pedido de las normas

Un retraso a la hora de recibir las normas a emplear puede producir un retraso en los ensayos experimentales a realizar. Para evitar que esto suceda, se procede a pedir las con tiempo suficiente.

Fallo eléctrico

Con un fallo en el suministro eléctrico se paraliza la elaboración de muestras. En caso de estar realizando ensayos a fatiga, este se vería interrumpido. Sin embargo, la adquisición de datos se realiza a tiempo real por medio de un ordenador y al recuperar el suministro es posible retomar el ensayo.

Accidente laboral

Para minimizar este riesgo, se comienza el trabajo en el laboratorio bajo la tutela de personal con experiencia. Con esto se pretende familiarizarse con las máquinas y los procesos a seguir.

Rotura de filtro

La rotura de un filtro a la hora de tratar la disolución de partículas recubiertas es bastante común en este tipo de procedimientos. En dicho caso se sustituye por uno nuevo y se recircula todo el líquido ya filtrado.

Mal recubrimiento

Si una vez secados los filtros se observan puntos blanquecinos las partículas no están bien recubiertas y es necesario repetir el proceso.

No se supera el control

Un riesgo a tener en cuenta es la posibilidad de que no se superen los ensayos a tracción. Con estos ensayos, como ya se ha explicado anteriormente, se pretende comprobar la dispersión homogénea de las partículas en la matriz. Una agitación insuficiente a la hora de recubrir las partículas o poco tiempo en la mezcladora antes de la inyección en el molde

pueden causar la mala dispersión de las partículas. Para garantizar que se cumple este requisito de calidad se ensaya al menos una probeta de cada lote.

Inyección incompleta

La boquilla y el vástago en la inyectora son elementos muy delicados y es necesario mantenerlos limpios continuamente para evitar este tipo de problemas. Por otro lado, el desmolde se ha de realizar rápidamente para evitar que este se enfríe y la probeta no salga completa.

Deslizamiento en las mordazas

La colocación de la probeta en la máquina hay que hacerla con delicadeza ya que un apriete rápido de las mordazas puede provocar el deslizamiento de la pieza durante el ensayo. En el caso de que esto suceda se puede retomar el ensayo con la pérdida de tiempo que conlleva.

Maquinas sucias y atascadas

Al tratarse de taller universitario, es muy común que las mismas maquinas sean utilizadas al mismo tiempo para distintas labores. Por ello, no es tan extraño encontrarse las maquinas sucias o atascadas. El no darse cuenta de ello puede causar la perdida de material y de productos semielaborados como las partículas recubiertas. En este caso, es necesario invertir tiempo en limpiarlas.

12.2. Matriz Probabilidad-Impacto

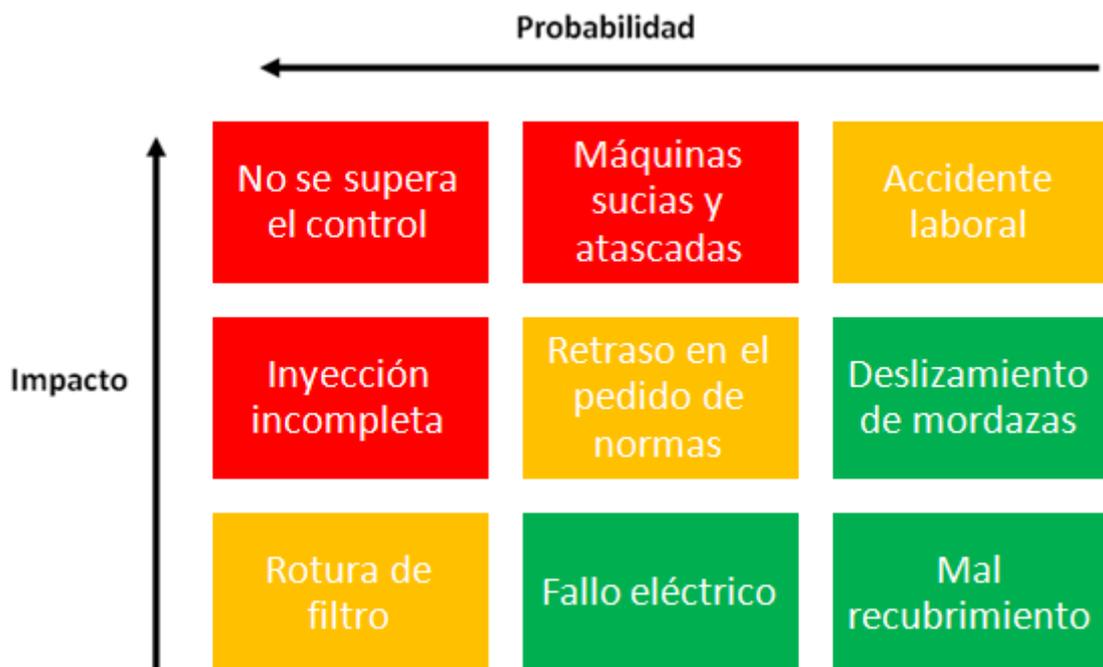


Ilustración 17. Matriz Probabilidad-Impacto.

13. CONCLUSIONES Y LINEAS FUTURAS

En este apartado se resumen los aspectos más relevantes analizados en el proyecto y las conclusiones que pueden obtenerse de los mismos de cara a investigaciones futuras. Una explicación más amplia de los resultados obtenidos se encuentra en el apartado [ANÁLISIS DE DATOS](#).

Se ven claramente dos tendencias en el comportamiento a fatiga del material. Entre ellas resulta interesante el comportamiento a valores bajos de tensión (no superiores a 70%).

Para el sistema formado por PLLA y partículas de sulfato de bario, a tensiones inferiores al 70% de la tensión de fluencia del material, el número de ciclos comienza a ser cercano al del polímero sin carga particulada. Además, hay que tener en cuenta que la existencia de partículas da lugar a unos huecos iniciales, por lo que el número de ciclos a rotura de este sistema se ve involucrado únicamente en propagar grietas y no en crearlas. Por todo ello, se puede concluir que el comportamiento de este material compuesto es mejor, ya que las grietas tardan más en propagarse y la rotura se retrasa.

Visto este comportamiento, resulta interesante el mismo estudio con un sistema en el que la composición de partículas sea menor ya que en investigaciones anteriores [1], con 0.5% de sulfato de bario se ha observado comportamiento dúctil a tracción.

En cuanto al tercer sistema, el formado por PLLA y partículas de sulfato de bario recubiertas con polidopamina, es probable que funcione mejor a tensiones más bajas. En los datos, se observa una ligera mejora en la duración para sollicitaciones del 50%. Sin embargo, la falta de datos a tensiones inferiores no permite su afirmación. Por ello, para avanzar en la investigación, sería adecuada la realización de ensayos similares a tensiones inferiores tanto para comprobar este hecho como para observar la mejora del segundo sistema, citado dos párrafos antes. El planteado cambio de pendiente en tercer sistema resulta interesante y ha de tenerse en consideración a la hora de elaborar futuras gráficas a tensiones inferiores.

El no haber obtenido unos resultados satisfactorios para el caso del sistema con recubrimiento debido al grado de incertidumbre, obliga a investigaciones futuras a cerciorar y mejorar la dispersión de las partículas. Puede resultar útil realizar el proceso de recubrimiento a menores concentraciones.

Por último, a modo de mejora para ensayos futuros se debería contemplar la posibilidad de secar el polímero antes de mezclar y así eliminar la posible humedad del mismo. Esto puede mejorar los resultados de fatiga ya que en los ensayos realizados se ha observado un efecto en el que influye el tiempo que el polímero ha estado a temperaturas elevadas durante el procesado.

14. FUENTES DE INFORMACIÓN

- [1] I. Martínez de Arenaza, N. Sadaba y J. Sarasua, «High toughness biodegradable radiopaque composites based on polylactide and barium sulphate,» *European Polymer Journal*, nº 73, pp. 88-93, 2015.
- [2] J. Sauer y G. C. Richardson, «Fatigue of Polymers,» *International Journal of Fracture*, vol. 16, nº 6, 1980.
- [3] J. Bergtroem y D. Hayman, «An Overview of Mechanical Properties and Material Modeling of Polylactide (PLA) for Medical Applications.,» *Annals Of Biomedical Engineering*, nº 44, pp. 330-340, 2016.
- [4] F. Senatov, K. Nizza, A. A. Stepaskin y S. Kaloshkin, «Low-cycle fatigue behavior of 3d-printed PLA-based porous scaffolds,» *Composites Part B*, nº 97, pp. 193-200, 2016.
- [5] E. Oliaei, B. Kaffashi y S. Davoodi, «Investigation of structure and mechanical properties of toughened poly(L-lactide)/thermoplastic poly(ester urethane) blends,» *Journal of Applied Polymer Science*, 2015.
- [6] E. Oliaei, B. Kaffashi y S. Davoodi, «Investigation of structure and mechanical properties of toughened poly(L-lactide)/thermoplastic poly(ester urethane) blends,» *Journal of Applied Polymer Science*, vol. 133, nº 15, pp. 43-104, 2016.
- [7] H. G.G, «Deformation mechanisms and toughness of rubber and rigid filler modified semicristaline polymers in mechanical properties of polymers based on nanostructure and morphology.,» *Taylor and Francis Group*, 2005.
- [8] F. Gojny, G. Wichmann, U. F. B. Kopke y K. Schulte, «Compos. Sci. Technol.,» nº 15, pp. 23-63, 2004.
- [9] W. Zuiderduin, C. Westzaan, J. Huetink y R. Gaymans, «Toughening of polydopamine with calcium carbonate particles.,» *Polymer*, nº 44, pp. 261-275, 2003.
- [10] T. Smith, T. Engels, S. Sontjens y L. Govaert, «Time-dependent failure in load-bearing polymers: a potential hazard in structural applications of polylactides.,» *Journal of Materials Science-Materials in Medicine*, vol. 21, nº 3, pp. 871-878, 2010.
- [11] X.-Q. F. B. L. a. Y.-W. M. Shao-Yun Fu, «Effects of particle size, particle/matrix interface adhesion and particle loading on mechanical properties of particulate-polymer composites.,» *Composites Part B-Engineering*, vol. 39, nº 6, pp. 933-961, 2008.

- [12] N. Jia, Q. Xing, X. Liu, J. Sun, G. Xia, W. Huang y R. Song, «Enhanced electroactive and mechanical properties of poly(vinylidene fluoride) by controlling crystallization and interfacial interactions with low loading polydopamine coated BaTiO₃.», *Journal of Colloid and Interface Science*, nº 453, pp. 169-176, 2015.
- [13] M. H. H. K. G. H. y v. S. B., «The physics and micro-mechanics of nano-voids and nano-particles in polymer combinations.», *Polymer*, nº 54, pp. 3131-3144, 2013.
- [14] R. W. Hertzberg, R. P. Vinci y J. L. Hertzberg, *Deformation and Fracture Mechanics of Engineering Materials*.
- [15] E. Vidvoic, F. Faraguna y A. Jukic, «Influence of inorganic fillers on PLA crystallinity and thermal properties», *Journal of Thermal Analysis and Calorimetry*, vol. 127, nº 1, pp. 371-380, 2017.

ANEXO I: NORMATIVA APLICABLE

En este apartado se van a presentar el conjunto de normas que se han tenido en cuenta a lo largo de todo el proyecto.

ASTM D7791 – 12: Standard Test Method for Uniaxial Fatigue Properties of Plastics.

ASTM E1942 – 98: Standard Guide for Evaluating Data Acquisition Systems Used in Cyclic Fatigue and Fracture Mechanics Testing.

ANEXO II: PLANOS DE CONJUNTO Y TABLAS

A continuación se presentan los planos de las probetas utilizadas en los ensayos y las tablas preparadas para la toma de datos en el laboratorio. Al final de este anexo se adjuntan todas las tablas de los datos iniciales y los cálculos del descargo de gastos.

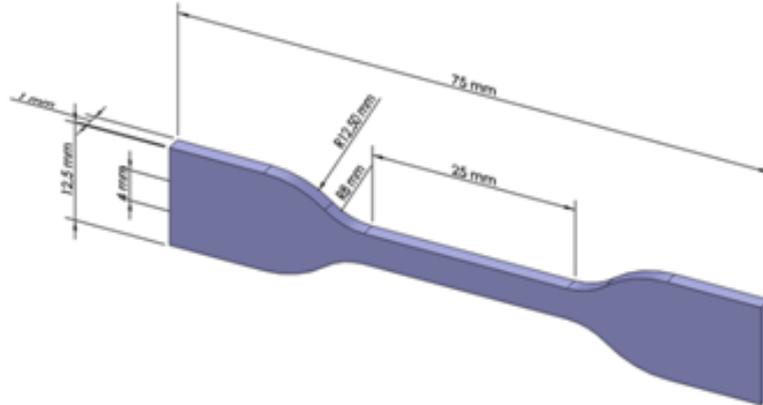


Ilustración 18. Probeta con las dimensiones del molde.

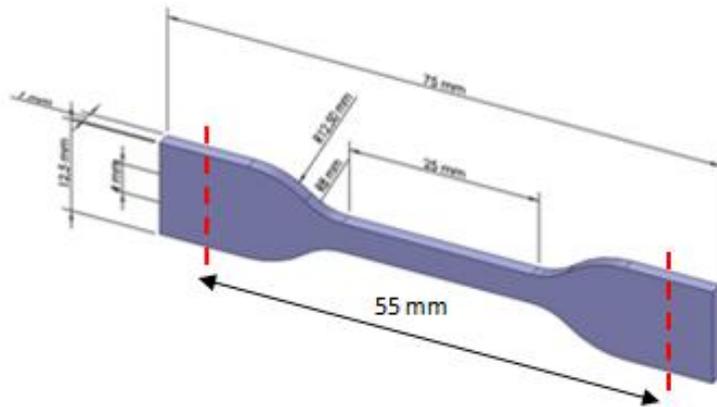


Ilustración 19. Cortes a realizar en la probeta.

sistema	80%				70%				60%				50%			

Tabla 5. Tabla de adquisición de datos.

Tablas de presupuesto:

Datos de partida:

		PLLA	PLLA-BaS04	PLLA-BaS04-DA
bolsas		4	4	8
probetas/bolsa		7	7	7
peso bolsa (kg)	PLLA	0,012	0,0108	0,0108
	BaS04	0	0,0012	0,0012
	DA	0	0	0,0006

Tabla 6. Materiales y cantidades.

Maquinaria	Coste	Potencia (kW)	Vida útil (años)
Plato agitador	350,00 €	0,7	15
Bomba vacio	500,00 €	0,4	15
Horno	3.000,00 €	1,5	15
DSM	35.000,00 €	1,5	15
Inyectora	30.000,00 €	1	15
Maq. Tracción	30.000,00 €	0,5	15
Maq. Fatiga	70.000,00 €	0,5	15

Tabla 7. Coste de las máquinas, potencia y vida útil.

Operación	Nº operarios	Utilización relevos	Producción	Unidades	Rechazo
Recubrimiento	1	1	52,5	prob./h	0%
Mezclado	1	1	1,45	prob./h	0%
Filtrado	1	1	70	prob./h	10%
Secado	1	1	0,486	prob./h	0%
Mixing	1	1	42	prob./h	25%
Inyección	1	1	28	prob./h	15%
Tracción	1	1	4	prob./h	0%
Preparación Fatiga	1	1	12	prob./h	0%
Fatiga	1	1	0,072	prob./h	0%

Tabla 8. Procesos, producción y rechazos.

Utilillaje	Coste	Vida útil
Fungibles	3.000,00 €	Todo el proy.
ordenador	1.000,00 €	Todo el proy.

Tabla 9. Utilillaje.

Ing. Junior	40,00 €
Ing. Sénior	80,00 €
coste eléctrico Kwh	0,13 €
1 relevo	1700

Tabla 10. Datos complementarios.

Material	Unidad	Precio unitario
PLLA	€/kg	6000
BaSO4	€/kg	600
DA	€/kg	3000

Tabla 11. Costes de los materiales.

Cálculos:

Operación	Cantidad sobre 100	Eficiencia	Producción real
Recubrimiento	174,29	0,57	91,50
Mezclado	174,29	0,57	2,53
Filtrado	174,29	0,57	122,00
Secado	156,86	0,64	0,76
Mixing	156,86	0,64	65,88
Inyección	117,65	0,85	32,94
Tracción	100,00	1,00	4,00
Preparación Fatiga	100,00	1,00	12,00
Fatiga	100,00	1,00	0,07

Tabla 12. Producción real.

Maquinaria	Tasa horaria	Amortización	Electricidad
Plato agitador	0,10 €	0,01 €	0,09 €
Bomba vacío	0,07 €	0,02 €	0,05 €
Horno	0,31 €	0,12 €	0,20 €
DSM	1,57 €	1,37 €	0,20 €
Inyectora	1,31 €	1,18 €	0,13 €
Maq. Tracción	1,24 €	1,18 €	0,07 €
Maq. Fatiga	2,81 €	2,75 €	0,07 €

Tabla 13. Tasa horaria.

ANEXO III: RESULTADOS

En el siguiente anexo se recogen todos los datos de fatiga obtenidos durante el proyecto así como las gráficas elaboradas para su caracterización.

En primer lugar se presenta una tabla que recoge las sollicitaciones de los ensayos de fatiga y seguido, para cada uno de los tres sistemas, se muestran los siguientes apartados:

- Tabla de resultados de fatiga.
- Gráfico de logaritmo de tensión alterna equivalente en duración-logaritmo de número de ciclos.
- Gráfico de tensión máxima-número de ciclos.
- Gráfico de tensión alterna equivalente en duración-número de ciclos.
- Gráfico de tensión máxima-logaritmo de número de ciclos.
- Gráfico de tensión alterna equivalente en duración-logaritmo de número de ciclos.
- Gráfico de logaritmo de tensión máxima-logaritmo de número de ciclos.
- Gráfico de logaritmo de tensión alterna equivalente en duración-logaritmo de número de ciclos.

Por último, se grafican el conjunto de los tres sistemas en los seis tipos de gráficos listados.

%	σ máx. (Mpa)	σ mín. (Mpa)	σ_m (Mpa)	σ_r (Mpa)	σ_N (Mpa)	LOG(ciclos)	LOG(σ máx.)	LOG(σ_N)
80%	48	3	25,5	22,5	39,130	3,308	1,681	1,593
70%	42	3	22,5	19,5	31,200	4,312	1,623	1,494
60%	36	3	19,5	16,5	24,444	4,746	1,556	1,388
50%	30	3	16,5	13,5	18,621	4,955	1,477	1,270

Tabla 14. Sollicitaciones de los ensayos.

Sistema 1. PLLA

80%	información de probeta				
ciclos	numero	bolsa	fecha de elaboración	fecha de ensayo	incidencias
5498	1	5	15-nov	30-ene	
7208	2	5	15-nov	30-ene	
7431	3	5	15-nov	30-ene	doblada inicialmente
4553	4	5	15-nov	30-ene	
3883	1	1	15-nov	02-feb	
3763	2	1	15-nov	02-feb	

70%	información de probeta				
ciclos	numero	bolsa	fecha de elaboración	fecha de ensayo	incidencias
20510	3	1	15-nov	13-feb	
16823	4	1	15-nov	13-feb	
7229	5	1	15-nov	13-feb	
17200	5	5	15-nov	27-mar	

60%		información de probeta			
ciclos	numero	bolsa	fecha de elaboración	fecha de ensayo	incidencias
55728	1	3	15-nov	23-feb	
58608	3	3	15-nov	24-feb	
34710	2	3	15-nov	02-mar	
40659	4	3	15-nov	07-mar	

50%		información de probeta			
ciclos	numero	bolsa	fecha de elaboración	fecha de ensayo	incidencias
90194	1	2	15-nov	10-mar	
52095	3	2	15-nov	13-mar	70% inicialmente error
83238	4	2	15-nov	14-mar	
90118	5	2	15-nov	15-mar	

Tabla 15. Datos de fatiga. Sistema 1.

Para diferenciar los gráficos de los tres sistemas se incluyen las abreviaturas S1, S2 Y S3.

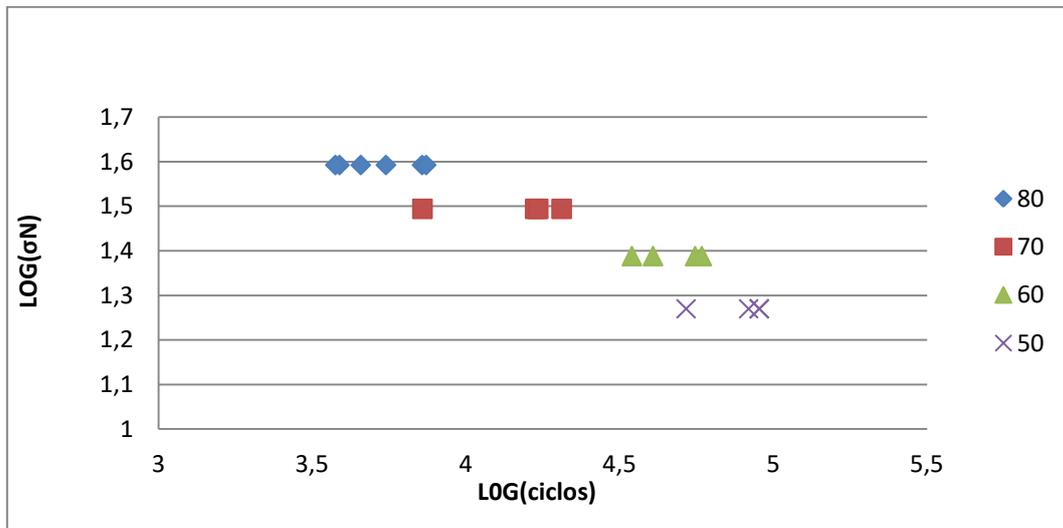


Ilustración 20. S1. Logaritmo de tensión alterna equivalente en duración-logaritmo de número de ciclos.

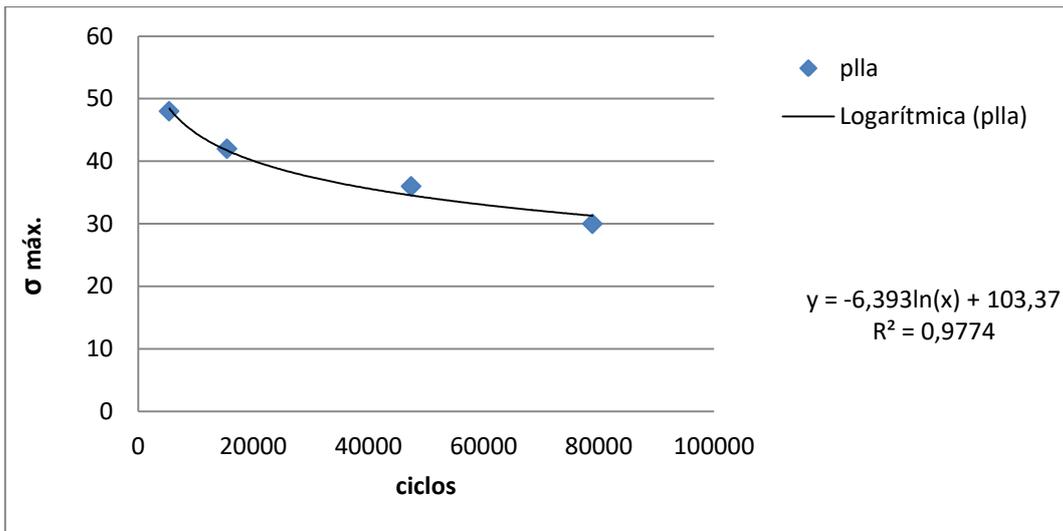


Ilustración 21. S1. Tensión máxima-numero de ciclos.

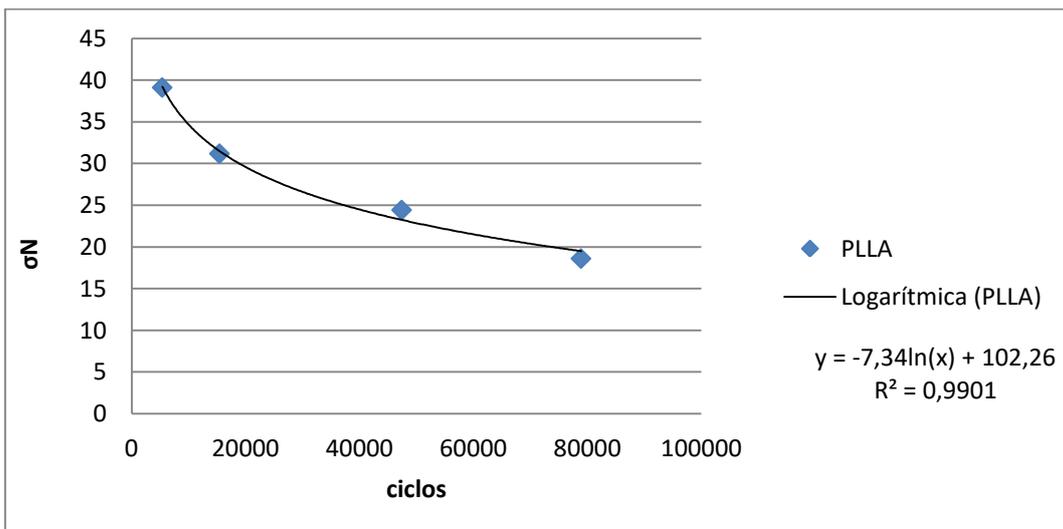


Ilustración 22. S1. Tensión alterna equivalente en duración-numero de ciclos.

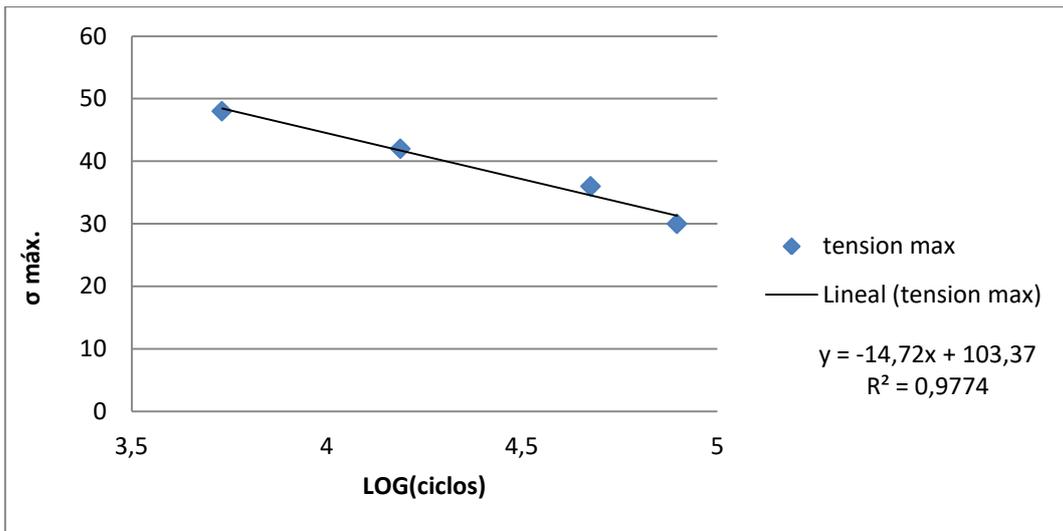


Ilustración 23. S1. Tensión máxima-logaritmo de numero de ciclos.

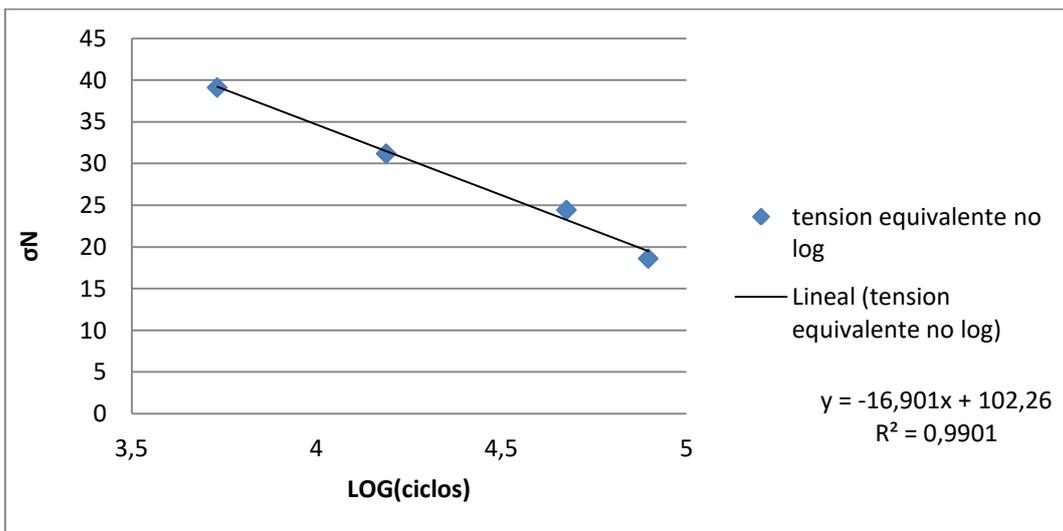


Ilustración 24. S1. Tensión alterna equivalente en duración-logaritmo de número de ciclos.

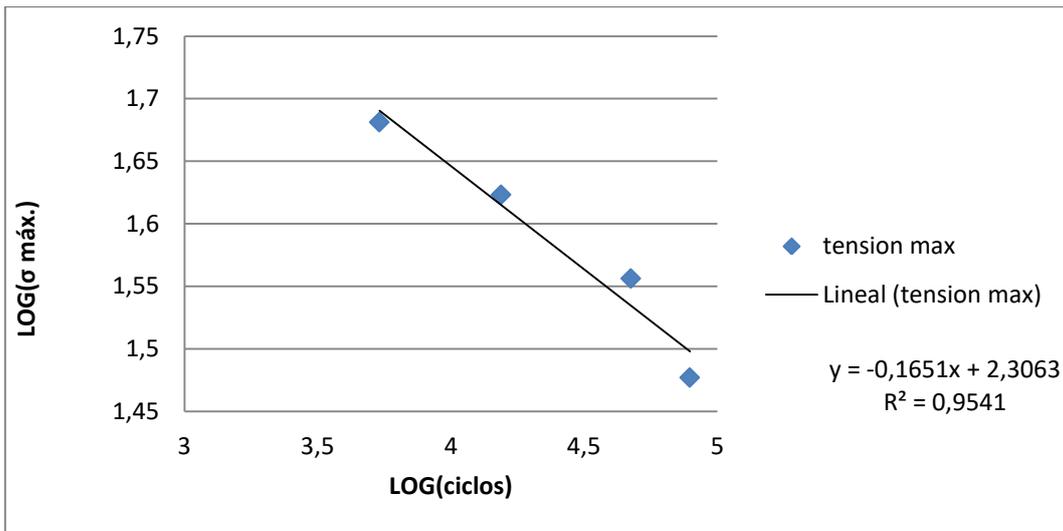


Ilustración 25. S1. Logaritmo de tensión máxima-logaritmo de número de ciclos.

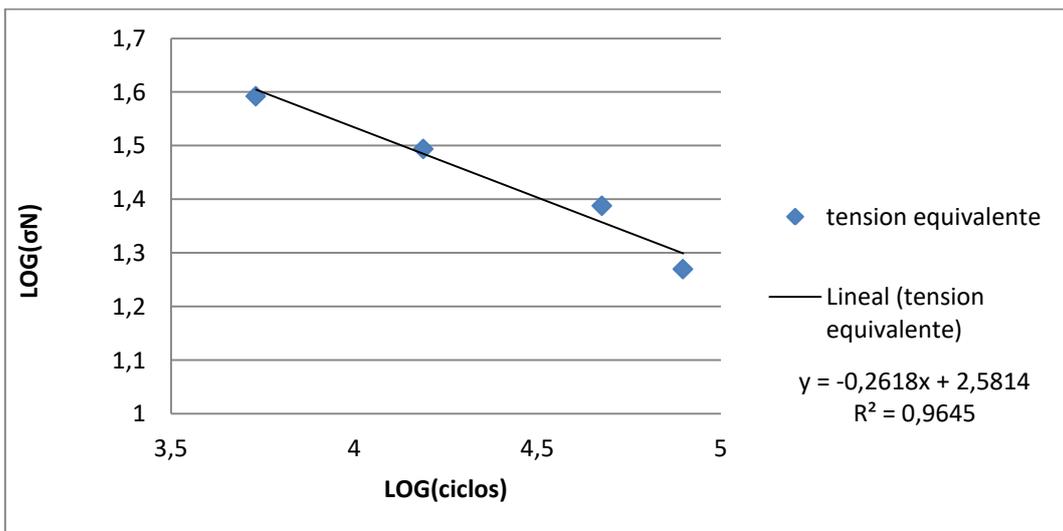


Ilustración 26. S1. Logaritmo de tensión alterna equivalente en duración-logaritmo de número de ciclos.

Sistema2. PLLA- BaSO₄

80%	información de probeta				
ciclos	numero	bolsa	fecha de elaboración	fecha de ensayo	incidencias
2032	1	1	16-nov	30-ene	
1655	2	1	16-nov	31-ene	
1120	3	1	16-nov	31-ene	
1617	4	1	16-nov	31-ene	
2237	1	3	15-nov	03-feb	
1543	2	3	15-nov	03-feb	

70%	información de probeta				
ciclos	numero	bolsa	fecha de elaboración	fecha de ensayo	incidencias
9860	3	3	15-nov	09-feb	
8888	4	3	15-nov	09-feb	
6953	5	3	15-nov	09-feb	
12318	6	3	15-nov	10-feb	

60%	información de probeta				
ciclos	numero	bolsa	fecha de elaboración	fecha de ensayo	incidencias
71801	3	1	15-nov	14-feb	
16502	4	1	15-nov	16-feb	
35135	5	1	15-nov	21-feb	
16400	6	1	15-nov	23-feb	

50%	información de probeta				
ciclos	numero	bolsa	fecha de elaboración	fecha de ensayo	incidencias
151738	2	2	16-nov	17-mar	
100668	3	2	16-nov	20-mar	
104507	4	2	16-nov	21-mar	
128171	5	2	16-nov	23-mar	

Tabla 16. Datos de fatiga. Sistema 2.

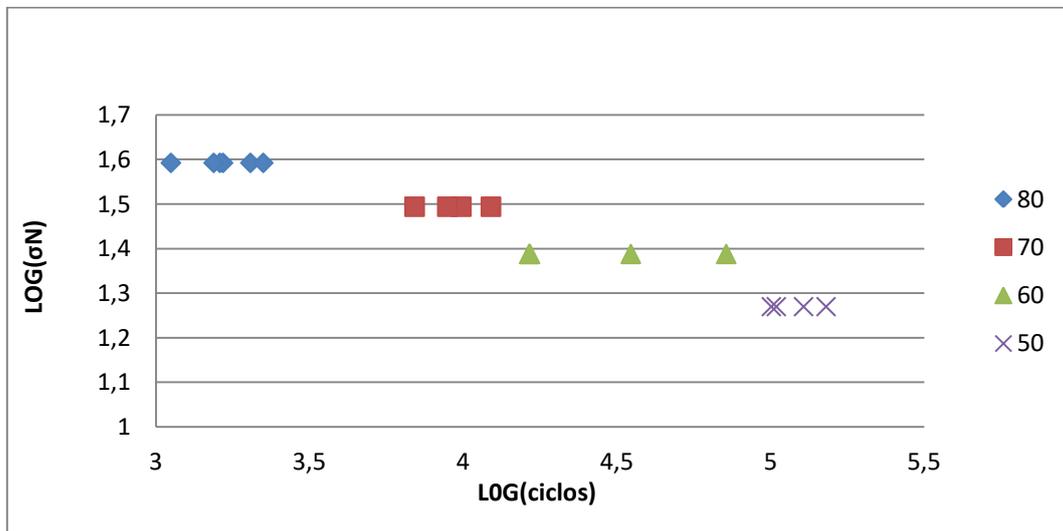


Ilustración 27. S2. Logaritmo de tensión alterna equivalente en duración-logaritmo de número de ciclos.

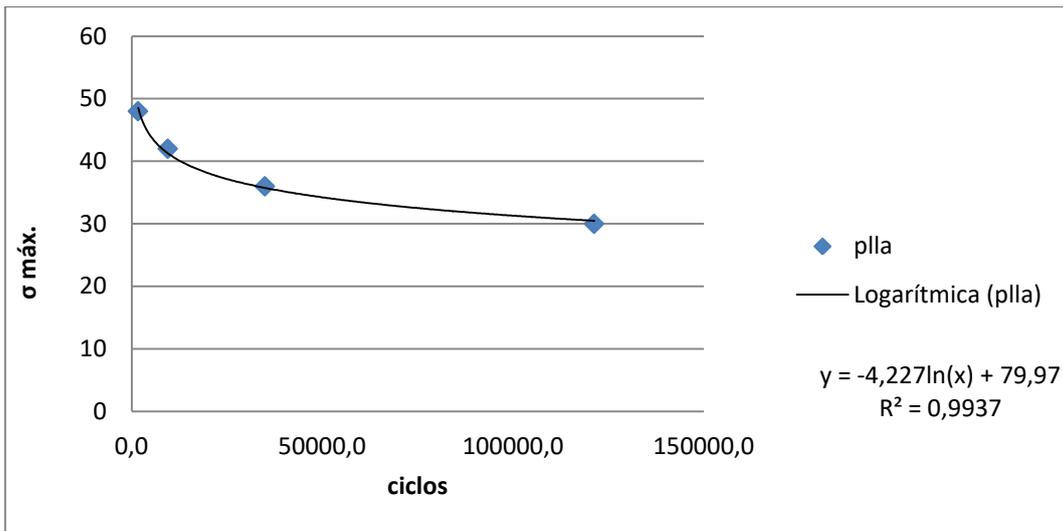


Ilustración 28. S2. Tensión máxima-numero de ciclos.

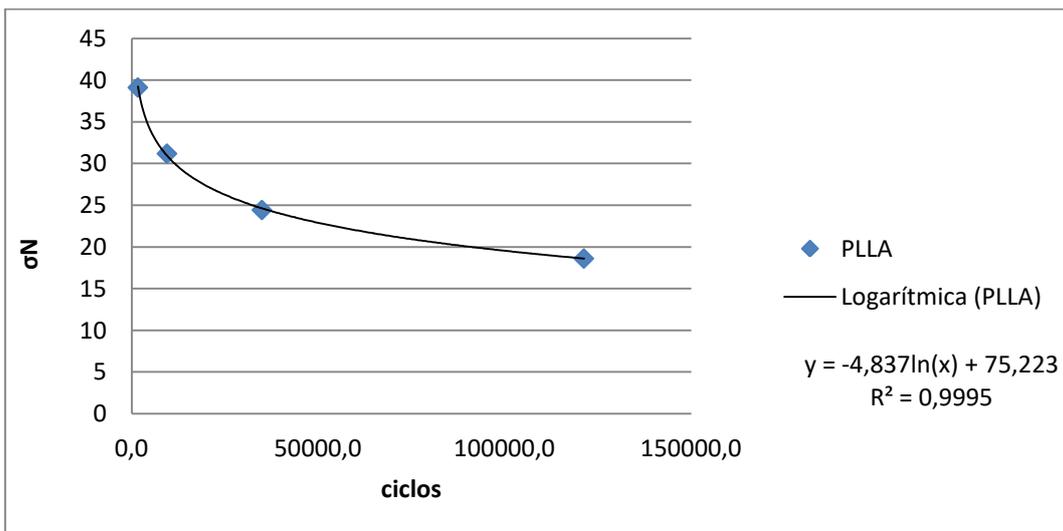


Ilustración 29. S2. Tensión alterna equivalente en duración-numero de ciclos.

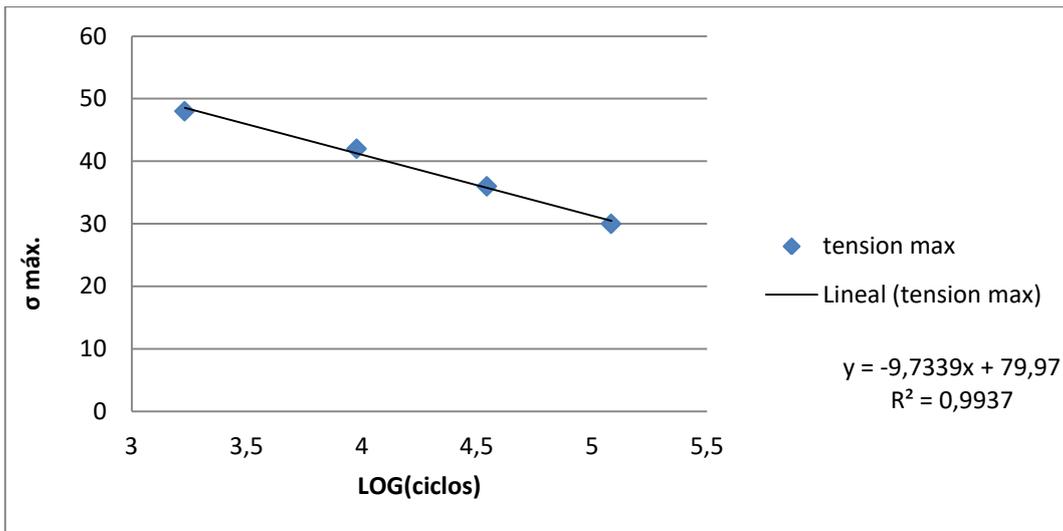


Ilustración 30. S2. Tensión máxima-logaritmo de numero de ciclos.

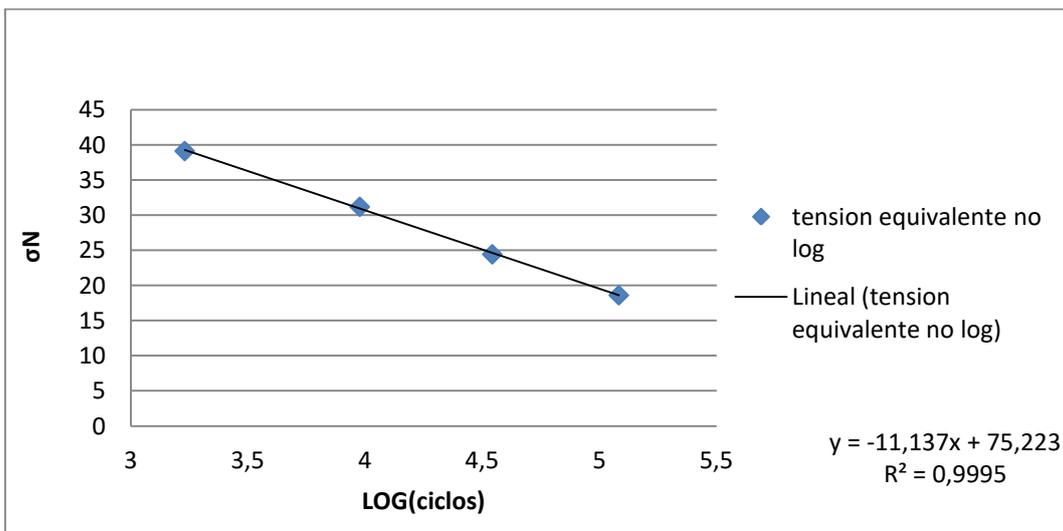


Ilustración 31. S2. Tensión alterna equivalente en duración-logaritmo de número de ciclos.

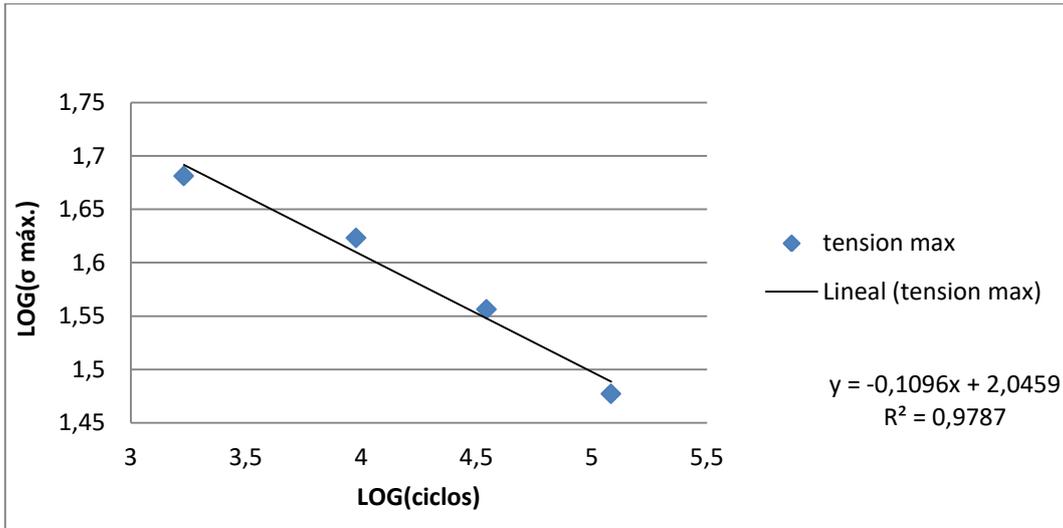


Ilustración 32. S2. Logaritmo de tensión máxima-logaritmo de número de ciclos.

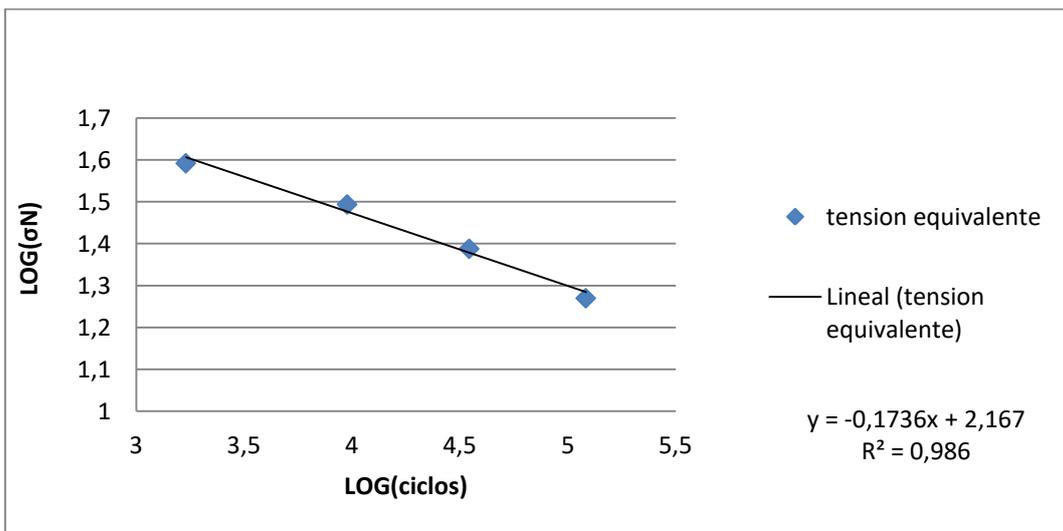


Ilustración 33. S2. Logaritmo de tensión alterna equivalente en duración-logaritmo de número de ciclos.

Sistema 3. PLLA- BaSO₄-DA

80%	información de probeta				
ciclos	numero	bolsa	fecha de elaboración	fecha de ensayo	incidencias
1772	6	4	28-mar	27-abr	ha resbalado
1597	8	4	28-mar	27-abr	
2435	3	3	28-mar	28-abr	
4154	4	3	28-mar	29-abr	
2259	5	3	28-mar	30-abr	
2250	6	1	21-nov	02-feb	ha resbalado

70%	información de probeta				
ciclos	numero	bolsa	fecha de elaboración	fecha de ensayo	incidencias
2759	8	2	28-mar	25-abr	
4305	2	4	28-mar	26-abr	
3582	4	4	28-mar	26-abr	
2298	5	4	28-mar	26-abr	

60%	información de probeta				
ciclos	numero	bolsa	fecha de elaboración	fecha de ensayo	incidencias
7690	5	2	28-mar	24-abr	
7779	6	2	28-mar	25-abr	
5543	7	2	28-mar	25-abr	
17481	6	3	28-mar	02-may	

50%	información de probeta				
ciclos	numero	bolsa	fecha de elaboración	fecha de ensayo	incidencias
41087	2	2	28-mar	29-mar	
35095	3	2	28-mar	30-mar	
23130	4	2	28-mar	31-mar	
53686	2	5	28-mar	03-abr	

Tabla 17. Resultados de fatiga. Sistema 3.

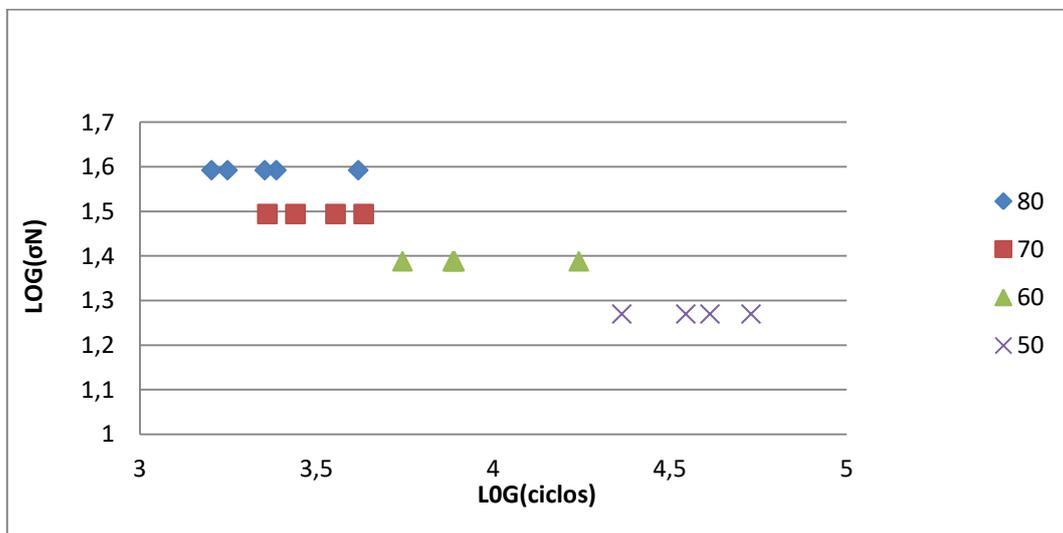


Ilustración 34. S3. Logaritmo de tensión alterna equivalente en duración-logaritmo de número de ciclos.

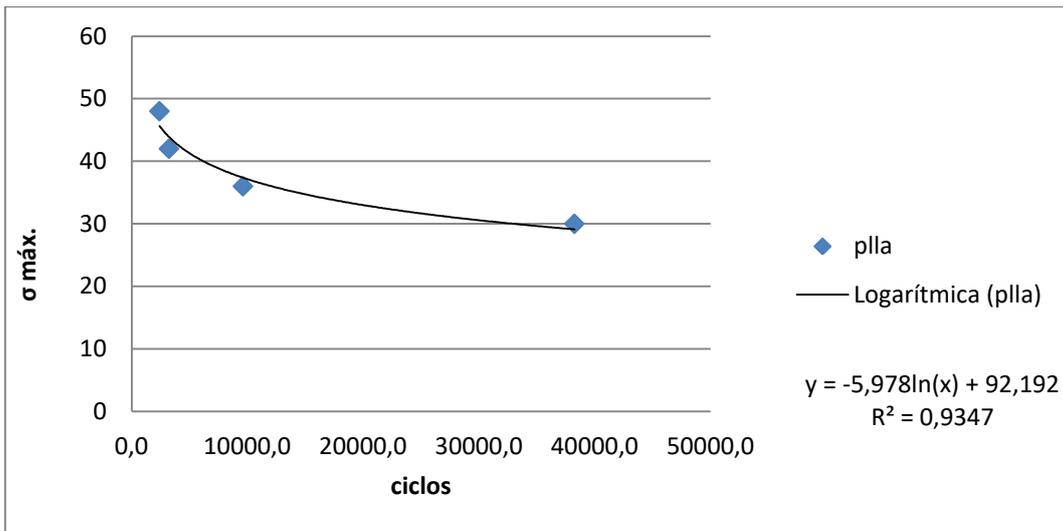


Ilustración 35. S3. Tensión máxima-numero de ciclos.

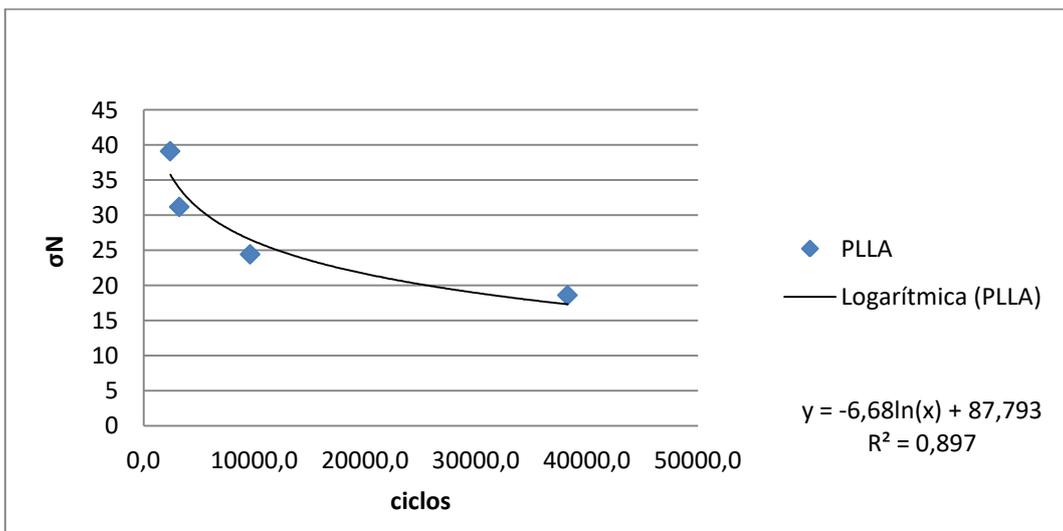


Ilustración 36. S3. Tensión alterna equivalente en duración-numero de ciclos.

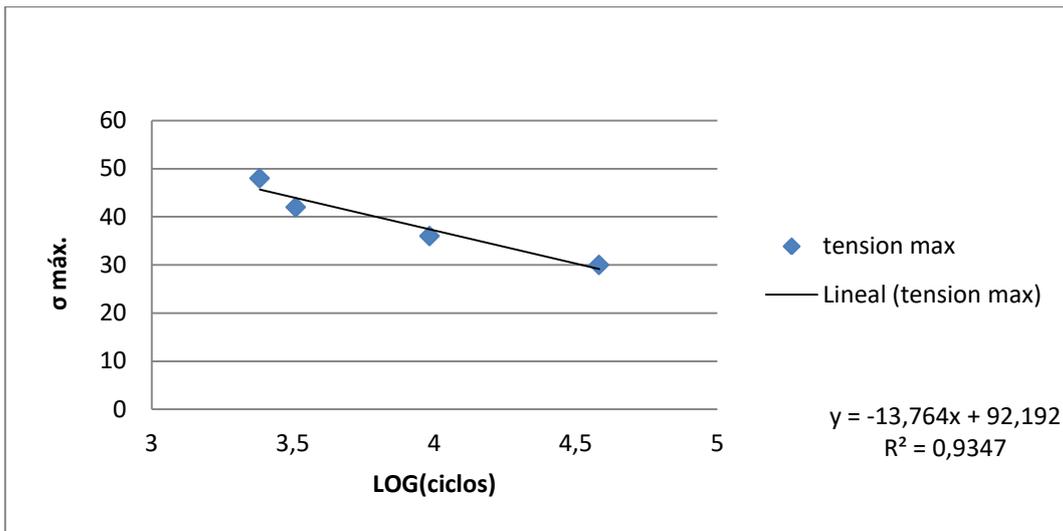


Ilustración 37. S3. Tensión máxima-logaritmo de numero de ciclos.

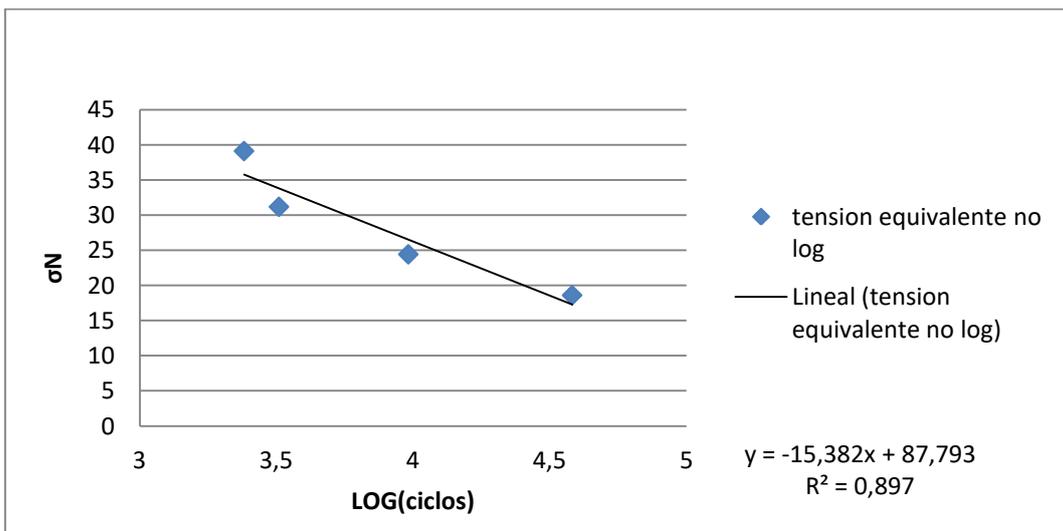


Ilustración 38. S3. Tensión alterna equivalente en duración-logaritmo de número de ciclos.

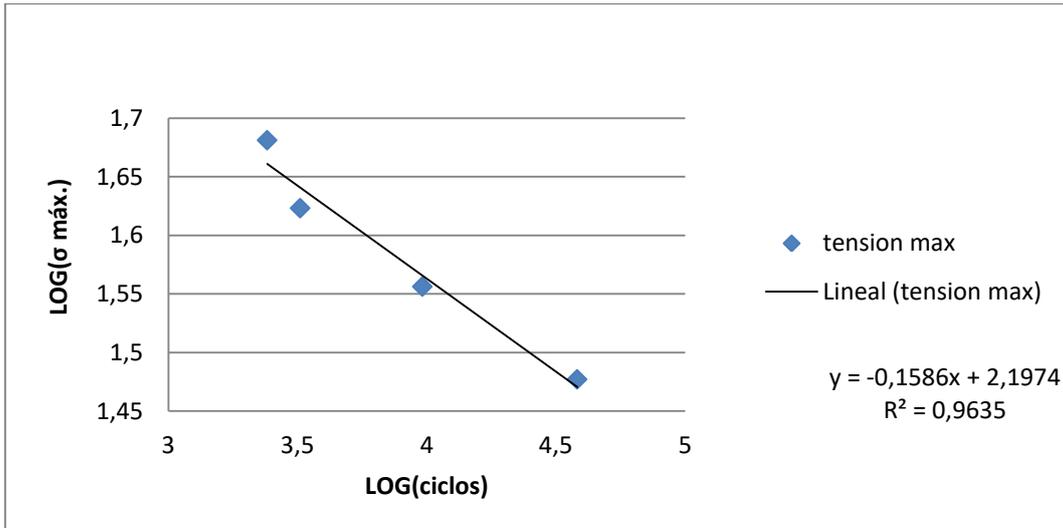


Ilustración 39. S3. Logaritmo de tensión máxima-logaritmo de número de ciclos.

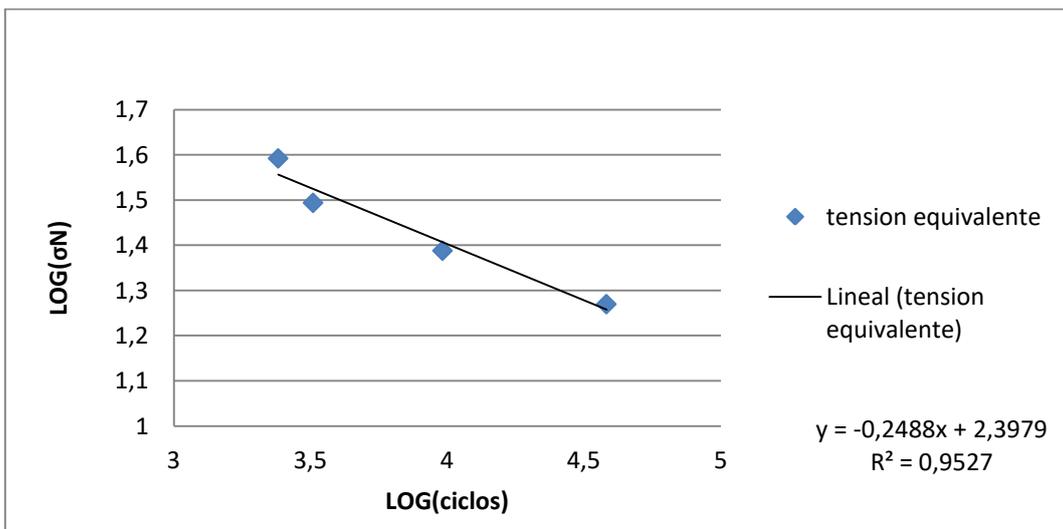


Ilustración 40. S.3. Logaritmo de tensión alterna equivalente en duración-logaritmo de número de ciclos.

Gráficos conjuntos

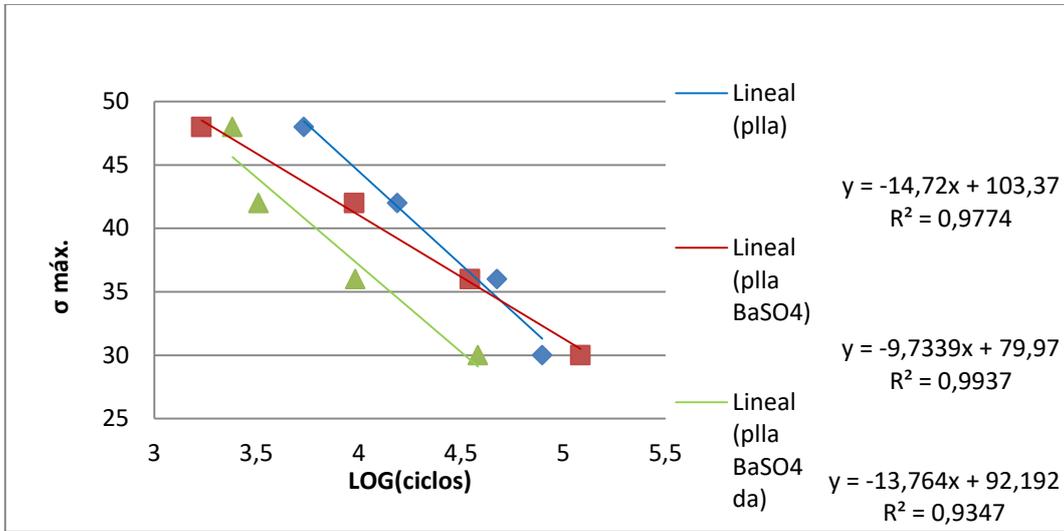


Ilustración 41. Tensión máxima-logaritmo de número de ciclos.

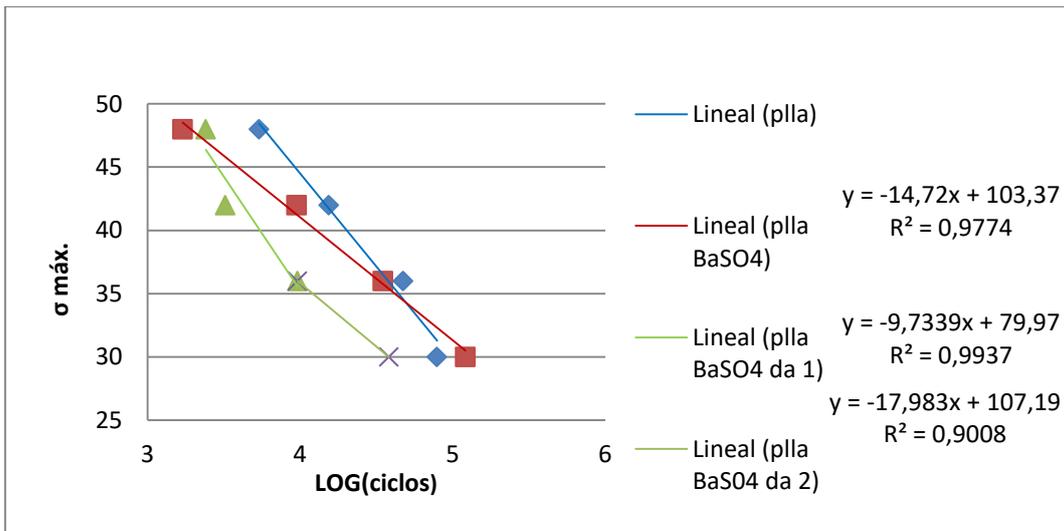


Ilustración 42. Tensión máxima-logaritmo de número de ciclos. Dos pendientes.

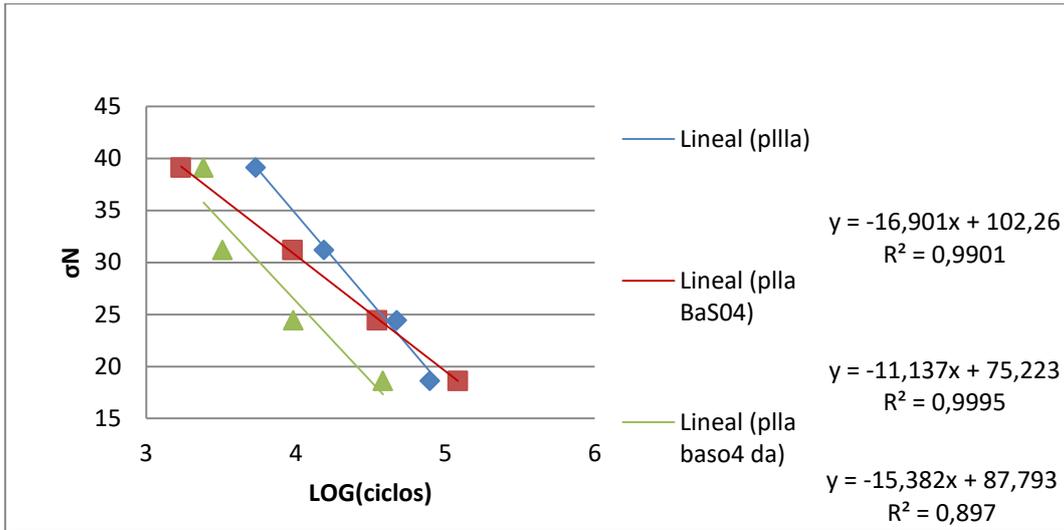


Ilustración 43. Tensión alterna equivalente en duración-logaritmo de número de ciclos.

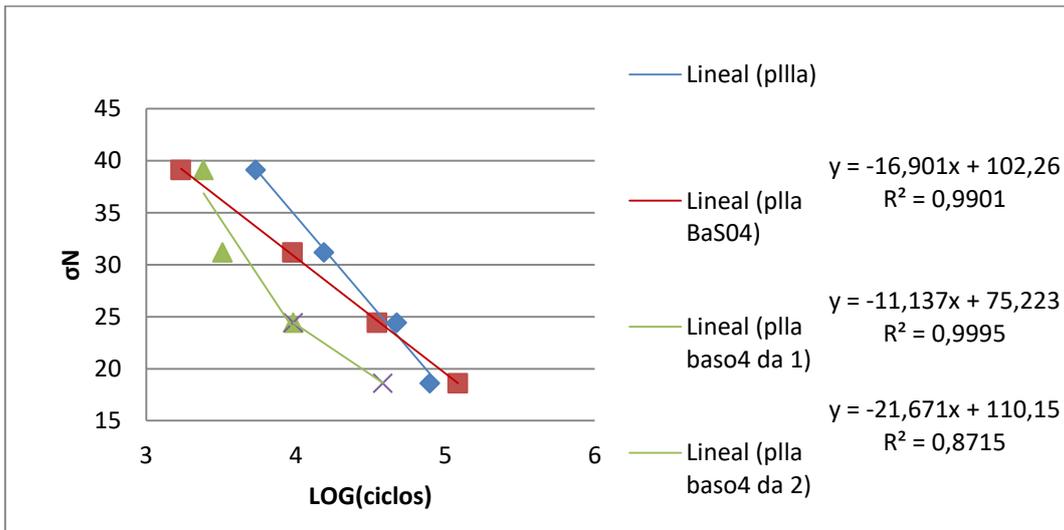


Ilustración 44. Tensión alterna equivalente en duración-logaritmo de número de ciclos. Dos pendientes.

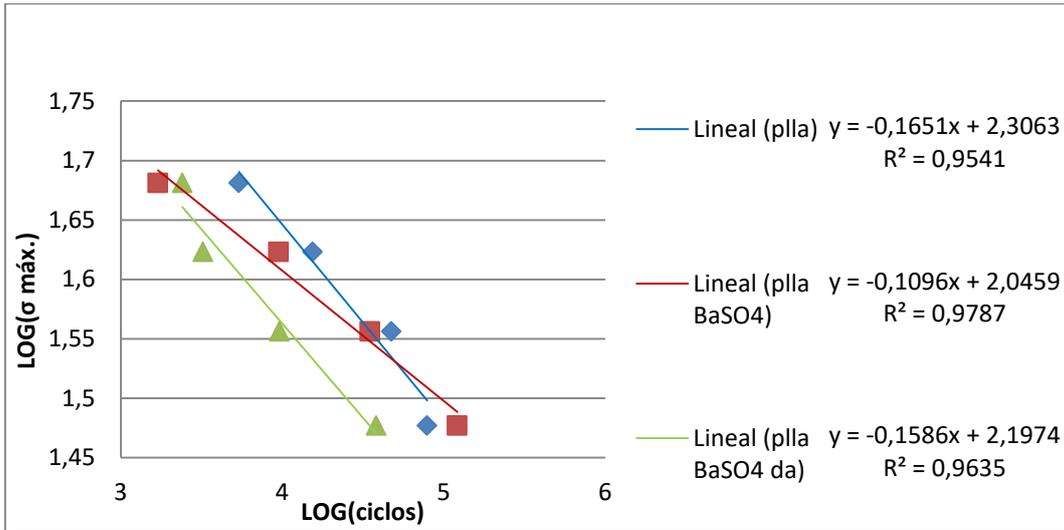


Ilustración 45. Logaritmo de tensión máxima-logaritmo de número de ciclos.

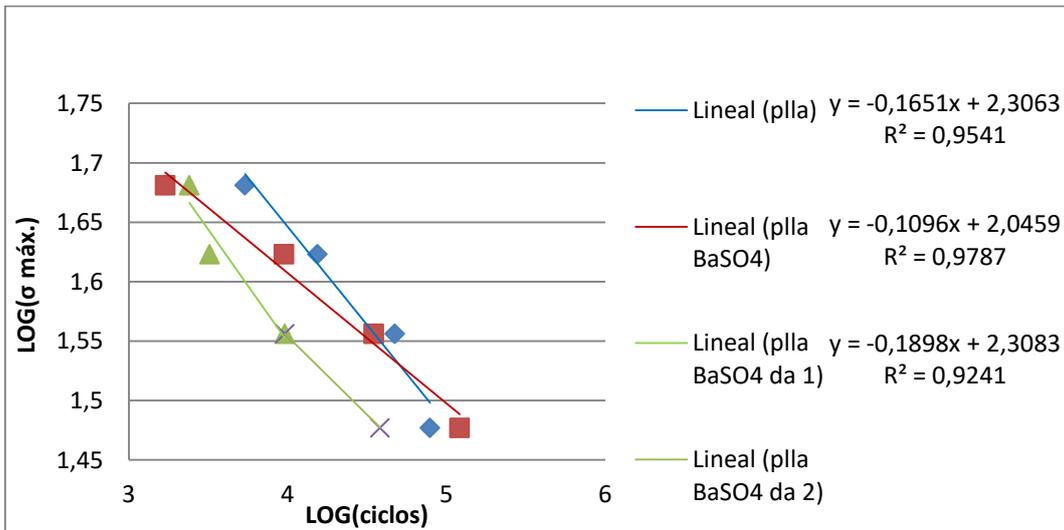


Ilustración 46. Logaritmo de tensión máxima-logaritmo de número de ciclos. Dos pendientes.

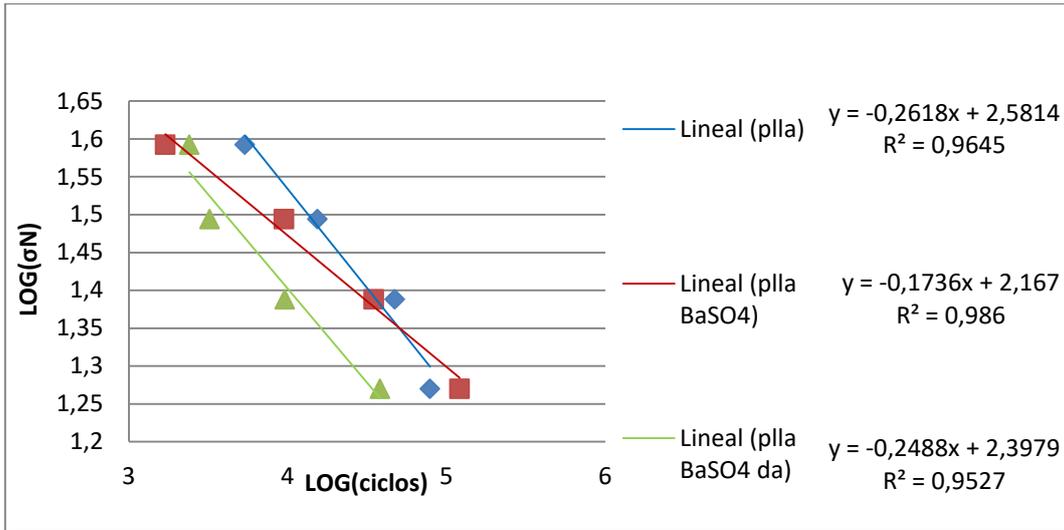


Ilustración 47 Logaritmo de tensión alterna equivalente en duración-logaritmo de número de ciclos.

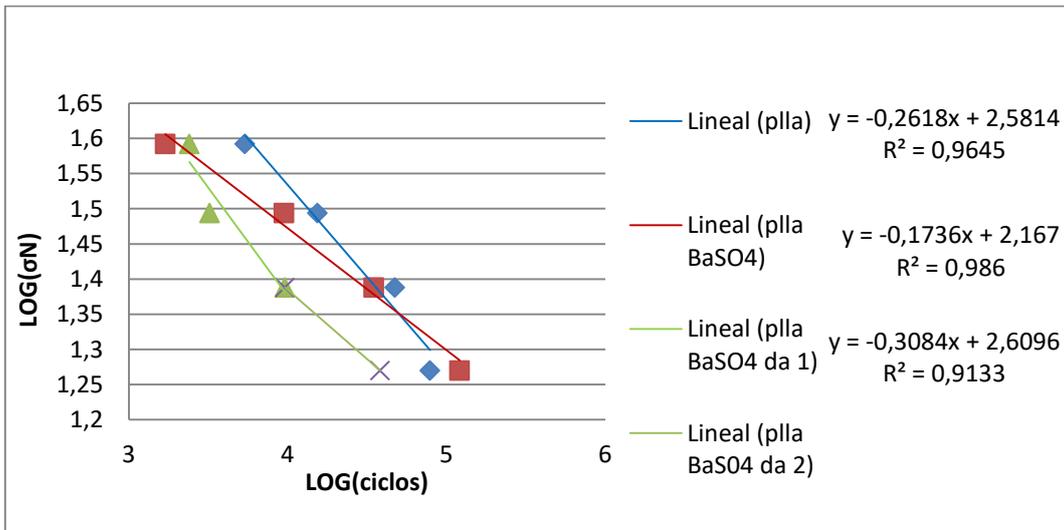


Ilustración 48. Logaritmo de tensión alterna equivalente en duración-logaritmo de número de ciclos. Dos pendientes.

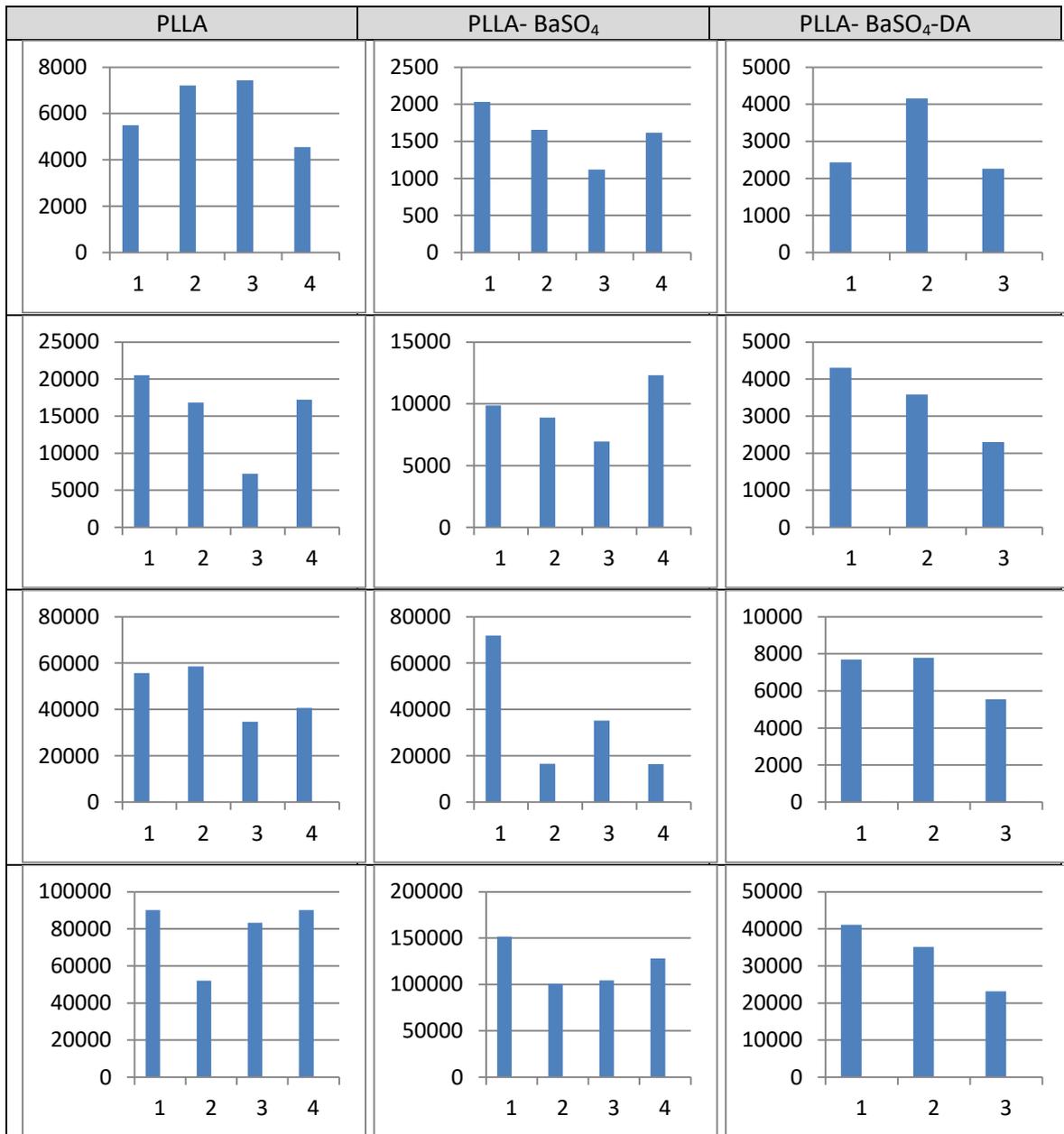


Ilustración 49. Gráficos de duración en función del número de probeta.