

Caracterización ultrasónica de PEBD sometido a diversos tratamientos térmicos de recocido

Ultrasonic characterization of LDPE subjected to various annealing heat treatments

Andy R. Valoz A. ^{a,*}, Edda Rodríguez ^b

^a Departamento de Mecánica, Universidad Simón Bolívar, 1080, Caracas, Venezuela.

^b Departamento de Ciencia de los Materiales, Universidad Simón Bolívar, 1080, Caracas, Venezuela.

Resumen

En este estudio se evaluaron los cambios morfológicos en probetas de polietileno de baja densidad (PEBD) sometidas a distintos tratamientos térmicos, empleando técnicas de ultrasonido convencionales y no convencionales. Los resultados demuestran que, si bien el material presenta una elevada atenuación y una velocidad de onda inferior a la de los metales, estas propiedades guardan una estrecha correlación con la morfología del polímero; específicamente con el grado de cristalinidad y el desarrollo de los cristales lamelares inducidos por la temperatura. Asimismo, mediante espectroscopía ultrasónica, se verificó la predominancia de la dispersión como principal mecanismo de atenuación, fenómeno que responde directamente a la movilidad molecular y a los procesos de recristalización inherentes al recocido.

Palabras Clave: Polietileno de Baja Densidad, Ensayos no Destructivos, Ultrasonido, Cristalinidad, Espectroscopía Ultrasónica

Abstract

This study evaluated the morphological changes in low-density polyethylene (LDPE) samples subjected to different heat treatments, using conventional and non-conventional ultrasonic techniques. The results demonstrate that, although the material exhibits high ultrasonic attenuation and an ultrasonic velocity lower than those observed in metals, these properties are closely correlated with the polymer's morphology; specifically, the degree of crystallinity and the development of lamellar crystals induced by temperature. Furthermore, through ultrasonic spectroscopy, scattering was verified as the predominant attenuation mechanism, a phenomenon directly related to molecular mobility and the recrystallization processes inherent to the annealing treatment.

Keywords: Low-Density Polyethylene, Non-destructive Testing, Ultrasound, Crystallinity, Ultrasonic Spectroscopy

1. Introducción

El ensayo ultrasónico es uno de los métodos de inspección no destructiva más utilizados en la inspección y evaluación de materiales. Sus aplicaciones incluyen la detección y caracterización de los defectos internos y superficiales, medición de espesores y con frecuencia en la determinación de las propiedades físicas, de la estructura, del tamaño de grano y de las constantes elásticas del material (ASM Handbook 17, 1989)

Este tipo de estudio ha sido utilizado mayoritariamente en la caracterización de aleaciones metálicas, demostrando gran utilidad y fiabilidad técnica sin requerir ensayos destructivos (Rodríguez, *et al.*, 2011). La caracterización de materiales utilizando la técnica ultrasónica involucra la cuantificación de parámetros acústicos como son la atenuación de la señal y la velocidad de propagación de la onda ultrasónica. En el caso de los metales, la velocidad del material es influenciada por la microestructura del material a través de los cambios del módulo de elasticidad de los granos individuales o por la presencia de segundas fases que modifican la rigidez del material. Por su parte, la atenuación y decrecimiento de la señal están determinados por los mecanismos de absorción y dispersión, siendo esta última la

que predomina en los metales policristalinos ya que depende de la anisotropía elástica de los granos individuales, de la presencia de precipitados y fases secundarias, así como de la textura presente en el metal. (Papadakis, 1984). En tal sentido, diversos estudios han evidenciado la estrecha relación entre la respuesta ultrasónica convencional y no convencional con los cambios microestructurales inducidos por tratamientos térmicos en materiales metálicos, como, por ejemplo, en aceros inoxidables tipo dúplex, en los que se observó una dependencia de los parámetros acústicos con la variación y distribución de las fases presentes en probetas sometidas a diversos tiempos y temperaturas de tratamiento. (Rodríguez, *et al.*, 2011; 2021). No obstante, considerando que la mayor parte de los estudios se ha realizado en materiales metálicos, existe interés en la aplicación de esta técnica de caracterización en materiales poliméricos.

Sin embargo, para explicar el comportamiento de estos parámetros en las muestras poliméricas, es necesario describir la naturaleza de estos materiales en relación con su movilidad estructural. A diferencia de los materiales metálicos, los polímeros se consideran materiales viscoelásticos. En los metales, el comportamiento mecánico se describe principalmente por su naturaleza predominantemente elástica a temperatura estándar, lo

*Autor para la correspondencia: andyvaloz@usb.ve

Correo electrónico: andyvaloz@usb.ve (Andy R. Valoz. A), eprato@usb.ve (Edda Rodríguez)

cual se explica por su ordenamiento cristalino de orden superior. Aunque poseen componentes viscosos que afectan su comportamiento mecánico, estos son tan pequeños que solo pueden observarse a escala macroscópica y en escalas de tiempo prolongadas, como la deformación por *creep* en aceros. (Osswald *et. al.*, 2015)

Los polímeros tienen un comportamiento mecánico mixto, con componentes elásticos y viscosos, lo que indica que son considerados sólidos, pero a su vez también fluidos. Estos son materiales viscoelásticos gracias a su estructura molecular, que, en contraste con los arreglos cristalinos de los aceros, están compuestos por macromoléculas cuya movilidad está restringida por fuerzas intermoleculares y por la movilidad de cadena que permitan sus sustituyentes químicos.

El principio de propagación de las ondas ultrasónicas se fundamenta en que los sólidos pueden sostener y recuperar las deformaciones de manera elástica, y, por lo tanto, pueden propagar las ondas ultrasónicas con movimiento molecular longitudinal o transversal según el tipo de incidencia. (Papadakis, 1976). En los materiales metálicos, la movilidad molecular es más uniforme debido a la predominancia de la elasticidad y su regularidad estructural, pero, en los materiales poliméricos la componente viscosa y su estructura macromolecular juegan un papel importante en la propagación de las ondas ultrasónicas. Es así como la movilidad molecular inducida por el haz ultrasónico es recuperada parcialmente por la componente elástica del polímero, en la cual los movimientos de rarefacción y compresión están presentes, permitiendo la propagación de la onda. Sin embargo, parte de la energía mecánica inducida por la onda ultrasónica genera desplazamientos intermoleculares que se expresan en forma de ondas de esfuerzo a lo largo del material, provocados por la alta flexibilidad que suponen las fuerzas débiles intermoleculares, por ejemplo., las fuerzas de Van Der Waals. Estos desplazamientos se asocian directamente a la componente viscosa de los polímeros, y explican parcialmente la alta atenuación y la baja velocidad de onda comparadas con la alta velocidad y baja atenuación en la mayoría de los materiales metálicos. (Lionetto *et.al.*, 2005). Es así como la variación del coeficiente de atenuación entre los diferentes polímeros dependerá de la complejidad de su estructura química, la variedad o unicidad de sus unidades monoméricas, su grado de cristalinidad y sus isomorfismos.

En materiales poliméricos, estudios recientes han considerado el uso de la técnica ultrasónica no solo para la detección de defectos, sino que también se ha demostrado la utilidad en la caracterización de cinéticas de reacción como el curado de elastómeros y el envejecimiento por degradación. (Nguyen *et al.* 1995) caracterizaron muestras poliméricas homogéneas y heterogéneas a través de las técnicas ultrasónicas. Sus resultados reportaron una disminución de la velocidad longitudinal y un incremento de la atenuación ultrasónica con el aumento de la temperatura de transición para todas las formulaciones. Por otro lado, indicaron una dependencia entre la magnitud de la velocidad longitudinal con la morfología del polímero, siendo mayor para resinas puras, y menor para la resina con carga. Esto se debe a que el pulso ultrasónico es capaz de viajar con mayor facilidad a través de una matriz pura sin elementos de carga que lo atenúen. De esta forma evidenciaron una correlación directa de los cambios de los parámetros ultrasónicos con la transición vítrea y la fusión de los cristales poliméricos.

Por otro lado, a través de ultrasonido convencional se ha logrado caracterizar numerosos fenómenos, como la cinética de

gelificación y vitrificación en resinas estirénicas termoestables (Lionetto, *et. al.*, 2005), así como también las transiciones de fase que sufren las resinas durante el procesamiento por moldeo por inyección, que pueden ser caracterizadas utilizando pulsadores ultrasónicos in-situ que registren la velocidad ultrasónica (Zhao, *et. al.*, 2021).

Adicionalmente, variables como la cantidad de humedad presente en polímeros cargados con fibras naturales han sido correctamente identificadas mediante las técnicas ultrasónicas, obteniendo una relación estrecha entre la disminución de la velocidad ultrasónica con el aumento del porcentaje de humedad de la fibra. (El-Sabbagh *et. al.*, 2012).

En el ámbito de los polímeros semicristalinos, y especialmente en el polietileno, la velocidad y la atenuación de las ondas acústicas muestran una estrecha relación con los parámetros estructurales. Se ha comprobado que la velocidad de propagación de las ondas longitudinales en muestras de polietileno aumenta linealmente con el grado de cristalinidad, debido a que la fase cristalina posee un módulo elástico significativamente mayor que la fase amorfa. Durante ensayos mecánicos de tracción en polietileno, la monitorización in situ revela que la iniciación de la deformación plástica y la destrucción de la red cristalina, por fragmentación de lamelas y cavitación, provocan una caída drástica tanto en la velocidad como en la energía de la onda transmitida. No obstante, la progresiva alineación y extensión de las cadenas amorfas en la dirección de la tracción favorece la transmisión de ondas guiadas, lo cual compensa parcialmente dicha atenuación (Casiez, *et. al.*, 2017). Asimismo, estas técnicas resultan muy eficaces para evaluar procesos de degradación y envejecimiento térmico en aplicaciones industriales. En el polietileno reticulado (XLPE) empleado en cables de alta tensión, el envejecimiento térmico incrementa el volumen libre molecular debido a la rotura de cadenas de la matriz polimérica, lo que provoca una reducción sistemática de la velocidad de propagación y de la amplitud de las ondas (Li, *et. al.*, 2025). Por otro lado, en procesos de manufactura como el moldeo rotacional de tanques de polietileno lineal de baja densidad (LLDPE), el análisis espectral avanzado del coeficiente de la tercera armónica (β) permite identificar con una precisión del 95% el estado de sinterizado del material, logrando discriminar eficazmente componentes con sinterizado incompleto o degradación termo-oxidativa (Tyukanko, *et. al.*, 2023).

Todas estas investigaciones han demostrado la factibilidad e importancia de este tipo de estudio en los materiales poliméricos, los cuales están presentes en todas las áreas de la industria dada su versatilidad en cuanto a su formulación, bajo costo y facilidad de procesamiento. De este modo, el análisis mediante técnicas ultrasónicas convencionales y no convencionales abre una ventana hacia la comprensión de los cambios microestructurales del polímero bajo condiciones reales de operación, superando las limitaciones de los ensayos de laboratorio estandarizados.

2. Desarrollo experimental

2.1. Materiales utilizados

Se utilizó PEBD FD-0348 de grado inyección suministrado por Polinter C.A. (Venezuela), con el cual se fabricaron probetas cilíndricas de $51,5 \pm 0,3$ mm de diámetro y $3,0 \pm 0,1$ mm de espesor mediante moldeo por inyección a las temperaturas de procesamiento indicadas por el fabricante.

2.2. Tratamientos térmicos

Las probetas fueron sometidas a un tratamiento térmico de recocido en un horno de convección natural (Carbolite-Verder) a temperaturas de 65, 75, 85, 95 y 105 °C por 2 h. Luego de cumplirse el tiempo de recocido, las probetas fueron enfriadas rápidamente en un baño térmico (Haaake) a 2 °C.

2.3. Caracterización ultrasónica

Inicialmente se realizó la evaluación ultrasónica de las probetas con y sin tratamiento térmico utilizando un detector de fallas ultrasónico (General Electric-USN60) con la técnica pulso-eco de contacto para la obtención de la velocidad ultrasónica y el coeficiente de atenuación. Se utilizó un transductor de haz normal de 5 MHz de frecuencia nominal, y petrolato como acoplante para garantizar la transferencia efectiva de la energía de la onda ultrasónica entre el transductor y las probetas mediante la eliminación de la capa de aire de la superficie de contacto.

Para la evaluación por espectroscopía ultrasónica se obtuvieron las señales del detector de fallas a través de un osciloscopio de 60 MHz con longitud de registro de 2500 puntos (Tektronix TDS 1102) y una frecuencia de muestreo de 4×10^{-9} s. Se seleccionó la cuarta señal en radiofrecuencia (RF) correspondiente a la pared de fondo, manteniendo fijas las condiciones de voltaje y tiempo en cada frecuencia. Se registraron haciendo un promedio de diez mediciones por muestra. Las señales capturadas fueron procesadas a través de una rutina computarizada basada en la transformada rápida de Fourier (1) programada por los autores en el software Octave GUI, obteniendo así gráficos de densidad de potencia vs. frecuencia.

$$X(F) = \int_{-\infty}^{\infty} x(t) e^{-j2\pi Ft} dt \quad (1)$$

Donde $x(t)$ es la señal discreta en el dominio del tiempo, $X(f)$ es la señal discreta en el dominio de la frecuencia, F es el índice de frecuencia, j es la unidad imaginaria y t es el tiempo. A partir de los gráficos de frecuencia se realizó la interpretación matemática del área bajo la curva mediante el método de los trapecios (2), que indica la energía total de la onda, y un análisis estadístico de curtosis (3) para determinar de manera cuantitativa la forma de los espectros.

$$\text{Área} = \frac{b-a}{n} \left[\frac{f(a)+f(b)}{2} + \sum_{k=1}^{n-1} f \left(a + k \left(\frac{b-a}{n} \right) \right) \right] \quad (2)$$

Donde b y a son los límites de frecuencia final e inicial respectivamente, f es la función que describe el espectro, k es el número de muestra y n es la suma de todas las muestras.

$$\text{Curtosis} = \sum_{k=1}^n \left(\frac{f_i(x_i - \mu)^4}{N * \text{Dispersión}^4} \right) \quad (3)$$

Donde f_i es el acumulado de frecuencias para cada medida muestral, x es la medida muestral, μ es la medida poblacional agrupada, y N es la suma de la población total. El término *Dispersión* hace referencia al segundo momento estadístico.

2.4. Caracterización térmica

Las probetas a todas las temperaturas de tratamiento térmico fueron sometidas a un ensayo de calorimetría diferencial de barrido (DSC Diamond, Perkin-Elmer), calibrado previamente con indio y estaño. Se colocaron aproximadamente 5 mg de muestra de cada una de las condiciones de tratamiento térmico en

cápsulas herméticas de aluminio, para luego ser sometidas a un barrido de calentamiento desde 40 hasta 150 °C a 10 °C/min.

En este estudio solo se analiza el primer calentamiento para caracterizar la morfología inducida por el tratamiento térmico. Se omitió el análisis del enfriamiento dado que este no aporta información adicional, por emplearse un único polímero procesado bajo condiciones idénticas en todas las probetas.

A partir de estos barridos se determinó la temperatura de fusión (T_f), la entalpía de fusión (ΔH_f) y el porcentaje de cristalinidad ($\%X_c$) mediante (4). Para los cálculos se utilizó una entalpía de fusión de equilibrio (ΔH_f^0) de 290 J/g.

$$Xc(\%) = \frac{(\Delta H_f - \Delta H_c)}{\Delta H_f^0} * 100 \quad (4)$$

En donde, ΔH_c es la entalpía de cristalización y ΔH_f es la entalpía de fusión.

3. Resultados y discusión

3.1. Caracterización Térmica

En la Figura 1 se presentan los resultados de la caracterización por DSC del PEBD, para cada una de las temperaturas de tratamiento térmico de recocido.

En todas las endotermas se observa un pico de altura cercana a 5 mW que representa el pico de fusión de los cristales a una temperatura de fusión T_f en el rango de 108,31 y 111,63 °C. La muestra sin tratamiento térmico (ST) presenta una endoterma ancha típica de un PEBD moldeado con enfriamiento rápido, en el cual se refleja la fusión de las lamelas anchas.

En el intervalo de tratamientos térmicos (TT) desde 65 a 95 °C, se presenta una segunda endoterma a temperaturas cercanas a la temperatura de tratamiento térmico T_a , lo que obedece a que las estructuras lamelares que tienen temperaturas de fusión inferiores a la temperatura de fusión del polímero se funden y vuelven a recrystalizar durante el tratamiento térmico.

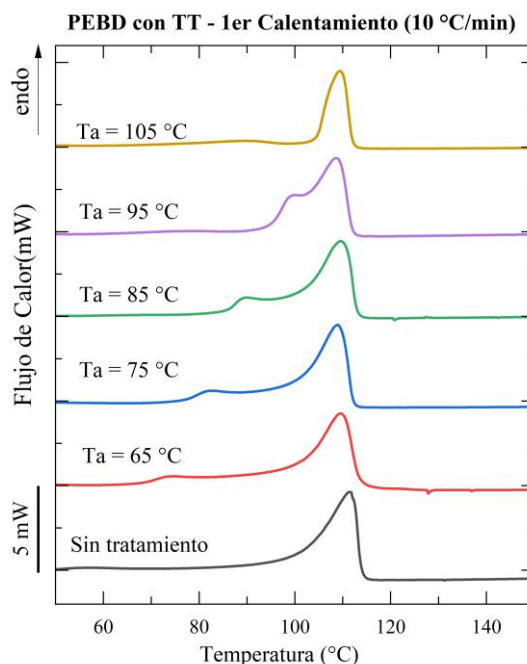


Figura 1: Curvas de DSC para el PEBD a diferentes tratamientos térmicos de recocido.

Aun cuando la temperatura de tratamiento térmico es típicamente más baja que la temperatura de fusión del polímero, las regiones cristalinas continúan creciendo durante el proceso de recocido, típicamente en dirección de la cadena generando engrosamiento lamelar. Este engrosamiento está limitado por la capacidad que tengan las cadenas ramificadas del PEBD para entrar en lamelas existentes, y por la temperatura del tratamiento térmico.

Durante el recocido del PEBD se dan dos escenarios posibles de crecimiento lamelar, tal como se aprecia en la Figura 2.

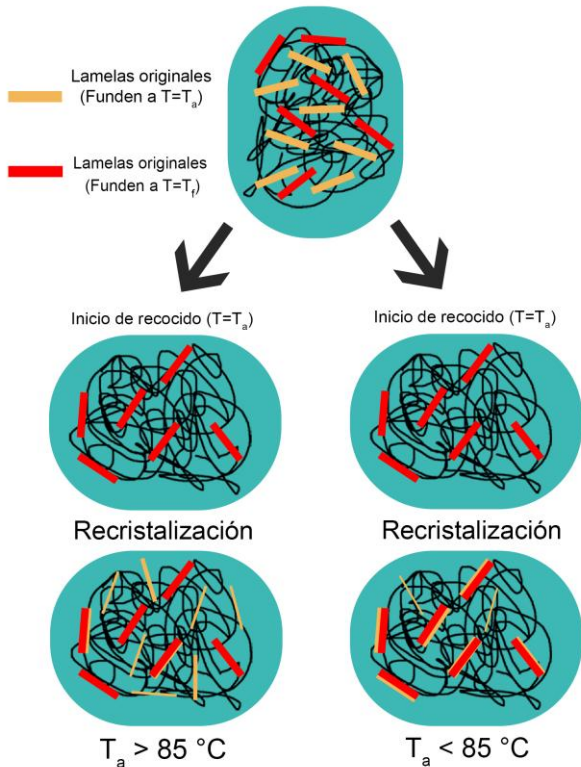


Figura 2: Representación esquemática de la microestructura del PEBD según la temperatura de tratamiento térmico.

Uno a temperaturas inferiores a T_a = 85°C, en el que las lamelas que tienen una temperatura de fusión por debajo de la temperatura de tratamiento se funden y luego vuelven a recristalizar. Durante este proceso, una fracción grande de las cadenas poliméricas entra en las regiones cristalinas existentes y promueve el engrosamiento de las cadenas mediante una cristalización secundaria. La fracción restante recristaliza de manera independiente formando nuevas lamelas delgadas mediante cristalización espontánea. (Ren *et. al.*, 2025)

El segundo escenario se da a temperaturas superiores a los 85°C, en el que solo una pequeña fracción de las cadenas moleculares contribuye al engrosamiento lamelar de las lamelas originales, mientras que la fracción mayoritaria cristaliza de manera espontánea creando un mayor número de lamelas delgadas.

3.2. Caracterización Ultrasónica: Parámetros Ultrasónicos

En la Figura 3 se presentan los resultados obtenidos de atenuación ultrasónica y velocidad de onda ultrasónica para el PEBD sometido a tratamientos térmicos de recocido.

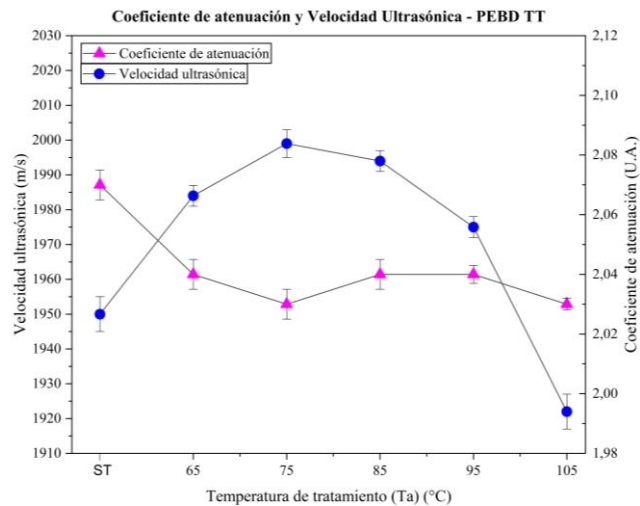


Figura 3. Coeficiente de atenuación y velocidad ultrasónica del PEBD a diferentes temperaturas de tratamiento térmico.

Los resultados obtenidos para el coeficiente de atenuación indican que, en el rango de temperaturas de tratamiento desde 65 a 105 °C, los valores mantienen rangos similares. Considerando sus barras de error de medición, se puede estimar que no existe una diferencia significativa en la atenuación ultrasónica para todas las temperaturas de tratamiento térmico. Aunque el resultado implica que la magnitud de la atenuación está dentro del mismo rango para todas las condiciones de tratamiento, no describe de manera precisa las contribuciones de los mecanismos de atenuación por dispersión y absorción.

Durante el tratamiento térmico se dan reordenamientos moleculares que modifican el ordenamiento de las cadenas, la cristalinidad y la regularidad estructural del polímero, por eso es esperado que los mecanismos de dispersión y absorción ultrasónica sigan una relación de cambio proporcional, lo que mantiene el valor total del coeficiente dentro del mismo rango, siendo así, que para el primer escenario de recristalización, pueda estar promovida la atenuación por dispersión del crecimiento lamelar, y para el segundo escenario, la atenuación por absorción debido al aumento de la entropía molecular.

En cuanto a la velocidad ultrasónica, esta sigue un patrón ascendente para las muestras tratadas a 65 y 75 °C, seguido de una posterior disminución desde los 85 °C en adelante. Este fenómeno puede ser explicado por la respuesta elástica asociada al cambio de la magnitud y el tipo de cristalinidad. La Tabla 1 muestra los resultados del cálculo del porcentaje de cristalinidad y los picos de fusión de cristales recristalizados (T_f^R).

Tabla 1. Porcentaje de cristalinidad y picos de fusión de cristales recristalizados.

T _a (°C)	X _c (%)	T _f ^R (°C)
ST	28,5	-
65	30,9	73,46
75	29,7	81,67
85	27,7	89,36
95	24,3	106,6
105	22,6	-

ST: Sin tratamiento

Para T_a entre 65 y 75 °C, el grado de cristalinidad del polímero aumenta debido al engrosamiento lamelar. En este

proceso, la mayoría de los cristales con temperaturas de fusión inferiores a T_a se integran a las lamelas originales. Esto incrementa el orden relativo del sistema, lo que reduce la movilidad segmentaria de las cadenas y eleva el módulo de elasticidad, resultando en un aumento de la velocidad ultrasónica. Por el contrario, el descenso observado entre $T_a = 85$ y 95 °C sugiere que la formación de nuevos núcleos cristalinos es termodinámicamente más favorable que el engrosamiento de las lamelas existentes. No obstante, la alta movilidad molecular a estas temperaturas y una cinética de cristalización más lenta derivan en un menor porcentaje de cristalinidad y el incremento de la movilidad de las cadenas, lo que destruye progresivamente el ordenamiento lamelar regular. Estos factores reducen el orden relativo y la rigidez de las cadenas, provocando la consecuente disminución de la velocidad de la onda.

Por último, la caída abrupta de la velocidad ultrasónica a $T_a = 105$ °C se atribuye a la proximidad de la temperatura de tratamiento térmico con la temperatura de fusión del material. En este punto, la energía del sistema impide tanto el engrosamiento lamelar como la formación de nuevos núcleos. En su lugar, la fracción de cristales con temperaturas de fusión inferiores a T_a funde de manera efectiva; al someterse a un enfriamiento rápido, estas cadenas no disponen del tiempo ni de la energía necesaria para reorganizarse, resultando en un incremento de la fase amorfa. Esta pérdida de estructura cristalina reduce la rigidez del medio, provocando el descenso drástico de la velocidad de la onda ultrasónica.

3.3. Caracterización Ultrasónica: Espectroscopía ultrasónica

En la Figura 4 se visualizan los espectros de densidad de potencia del PEBD a diferentes temperaturas de tratamiento térmico. En esta se nota que los espectros de potencia para todas las condiciones describen comportamientos muy similares, con un único máximo de energía en la frecuencia central del palpador y leves desdoblamientos que demuestran irregularidad en el pulso, posiblemente por efectos de dispersión del haz ultrasónico en el material.

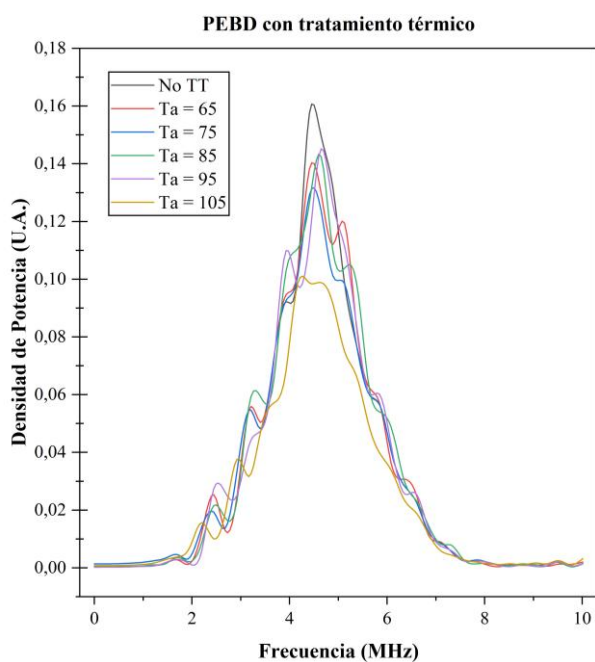


Figura 4. Espectro de densidad de potencia del PEBD con tratamientos térmicos.

El análisis del comportamiento de los espectros no es trivial, ya que todas las señales se superponen y presentan similitudes, especialmente en el rango de temperaturas de tratamiento entre 65 y 95 °C. Al comparar las condiciones extremas, se observa que la muestra en estado de moldeo presenta una forma más aguda que las demás, mientras que la muestra a $T_a = 105$ °C es más aplanada, lo cual es consistente con los valores reportados del coeficiente de atenuación.

Si bien los coeficientes de atenuación reportados no distan de manera considerable en magnitud, la forma de los espectros otorga información de los mecanismos de atenuación que más se ven favorecidos. Por ejemplo, las muestras tratadas a $T_a = 75$ y $T_a = 105$ °C reportaron los menores valores de coeficiente de atenuación, pero en los espectros, la muestra de 105 °C es más achatada. La pérdida de altura del espectro supone mayores pérdidas energéticas por absorción, lo cual es atribuible al aumento del desorden molecular inducido por el tratamiento. En el caso de la muestra a $T_a = 75$ °C, se puede estimar que las pérdidas energéticas por dispersión son mayores en comparación con las de 105 °C, lo cual se puede relacionar con el engrosamiento lamelar durante la recristalización del PEBD a bajas temperaturas.

En la Figura 5 se presentan los valores de curtosis y área bajo la curva para cada una de las condiciones de tratamiento. Los valores de área bajo la curva no muestran variaciones significativas en términos de magnitud, pero sí exhiben una tendencia que concuerda con el comportamiento previamente descrito. Entre 65 y 85 °C, se observa una tendencia al aumento en el área bajo la curva, lo que sugiere que el haz ultrasónico tiene mayor energía y muestra menos atenuación. Esto se relaciona directamente con el porcentaje de cristalinidad y el comportamiento antes descrito en tratamientos térmicos a temperaturas inferiores a 85 °C.

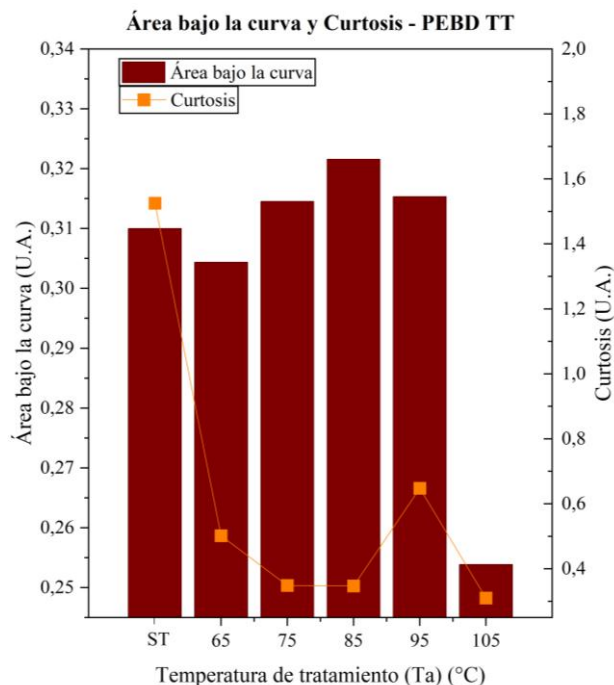


Figura 5. Área bajo la curva y curtosis para las muestras de PEBD con tratamiento térmico.

A 95 °C la energía disminuye ligeramente, atribuible al aumento de la entropía a altas temperaturas de tratamiento térmico. Este efecto se acentúa considerablemente a los 105 °C en

el que los cristales de la fase minoritaria se convierten en zona amorfa.

Por su parte, los valores de curtosis indican una distribución platicúrtica para todos los tratamientos térmicos, mientras que la muestra sin tratamiento muestra una distribución ligeramente leptocúrtica. El aplanamiento de los espectros se relaciona directamente a la complejidad de los mecanismos de recristalización y la movilidad molecular que ocurren durante el tratamiento, lo cual genera atenuación tanto por dispersión como por absorción bajo las condiciones estudiadas.

4. Conclusiones

Los estudios realizados en el PEBD revelan una estrecha relación de los parámetros ultrasónicos y los cambios morfológicos de la resina, en términos de cristalinidad y configuración de recristalización polimérica. Los mecanismos de cristalización a temperaturas de tratamiento inferiores a 85 °C, inducen el crecimiento lamelar y se relacionan proporcionalmente con el aumento de la velocidad de onda ultrasónica, al igual que la posterior caída de esta propiedad a temperaturas superiores a 85 °C, donde los mecanismos de recristalización son primordialmente a través de la creación de nuevos núcleos.

La atenuación ultrasónica, aunque en magnitud es similar durante todas las temperaturas de tratamiento térmico, sí demuestra tener una relación de proporcionalidad entre los mecanismos de atenuación por dispersión y absorción, efecto demostrado de manera cuantitativa mediante el cálculo del área bajo la curva y la curtosis de los espectros ultrasónicos en base a la frecuencia. Estos parámetros estadísticos evidenciaron la relación del comportamiento de la onda ultrasónica con los cambios morfológicos del polímero, siendo mayores los valores de energía para las condiciones en donde se evidenció mayor engrosamiento lamelar.

Los resultados así obtenidos permiten demostrar la viabilidad de la técnica ultrasónica en la caracterización no-destructiva microestructural de materiales poliméricos.

Agradecimientos

Los autores agradecen al Laboratorio E de la Universidad Simón Bolívar.

Conflicto de intereses

Los autores declaran que no existen conflictos de intereses.

Referencias

- ASM International Handbook Committee. (1989). *Nondestructive evaluation and quality control* (9th ed., Vol. 7). ASM International.
- Casiez, N., Deschanel, S., Monnier, T., Lame, O., (2017). Ultrasonic in situ investigation of the initiation of Polyethylene's plastic deformation during tensile tests. *Polymer* 123, 258-266. DOI: 10.1016/j.polymer.2017.07.026
- El-Sabbagh, A., Steuernagel, L., Ziegmann, G. (2012). Ultrasonic testing of natural fibre polymer composites: effect of fibre content, humidity, stress on sound speed and comparison to glass fibre polymer composites. *Polymer Bulletin* 70, 371-390. DOI: 10.1007/s00289-012-0797-8
- Li, R., Wei, H., Zhu, Y., Li, S., Wei, Y., Li, G., (2025). Ultrasonic characteristics of XLPE/SIR insulation under thermal aging condition for high-voltage cables and their correlation with insulation performance. *Polymer Degradation and Stability* 242, 111689. DOI: 10.1016/j.polymdegradstab.2025.111689
- Lionetto, F., Montagna, F., Maffezzoli, A. (2005). Ultrasonic Dynamic Mechanical Analysis of Polymers. *Applied Rheology* 15(5), 326-335. DOI: 10.3933/ApplRheol-15-326
- Nguyen, N., Lethiecq, M., Gerard, J., (1995). Glass transition characterization of homogeneous and heterogeneous polymers by an ultrasonic method. *Ultrasonics* 33(4), 323-329. DOI: 10.1016/0041-624X(95)98709-L
- Osswald, T., Rudolph, N. (2015). *Polymer rheology, fundamentals and applications*. Carl Hanser Verlag.
- Papadakis, E., (1976). *Ultrasonic Velocity and Attenuation: Measurement Methods with Scientific and Industrial Applications*. *Physical Acoustics* 12, 277-374. DOI:10.1016/B978-0-12-477912-9.50010-2
- Ren, Y., Li, C., Ren, M., Gao, D., Tang, Y., Wu, C., Chu, L., Zhang, Q., Zhang, S., (2025). Recrystallization during annealing of low-density Polyethylene Non-Woven fabric by Melt Electrospinning. *Polymers* 17(15), 2121. DOI:10.3390/polym17152121
- Rodríguez, E., Stella, J., Kryzanowskyj, A., Amorero, L., Mateo, A., (2011). Caracterización de la respuesta ultrasónica de un acero dúplex durante la disolución de la fase sigma. *Revista Latinoamericana de Metalurgia y Materiales* 32(1), 49-60. <https://www.rlmm.org/ojs/index.php/rlmm/article/view/141>
- Rodríguez, E., Rivas, A., Suárez, M., González, W., (2021). Caracterización de un acero inoxidable dúplex SAF 2205 tratado térmicamente a 475 °C utilizando técnicas ultrasónicas y electroquímicas. *Acta Microscópica* 30(2), 92-103.
- Tyukanko, V., Demyanenko, A., Semenyuk, V., Dyuryagina, A., Alyoshin, D., Tarunin, R., Voropaeva, V., (2023). Development of an Ultrasonic Method for the Quality Control of Polyethylene Tanks Manufactured Using Rotational Molding Technology. *Polymers* 15(10), 2368. DOI:10.3390/polym15102368
- Zhao, P., Ji, K., Zhang, J., Chen, Y., Dong, Z., Zheng, J., Fu, J., (2021). In-situ ultrasonic measurement of molten polymers during injection molding. *Journal of Materials Processing Technology* 293, 117081. DOI: 10.1016/j.jmatprotec.2021.117081