

Anales de Mecánica de la Fractura

TEXTO DE LAS COMUNICACIONES PRESENTADAS EN EL

**XXIII ENCUENTRO DEL
GRUPO ESPAÑOL DE FRACTURA**

Volumen II

Albarracín

29, 30 y 31 de marzo de 2006

© ANALES DE MECÁNICA DE LA FRACTURA
Editado por la Secretaría del Grupo Español de Fractura

Reservados todos los derechos para todos los países.
Ninguna parte de esta publicación, incluido el diseño de la cubierta, puede ser reproducida, almacenada o transmitida de ninguna forma, ni por ningún medio, sea electrónico o cualquier otro, sin previa autorización escrita por parte de la Editorial.

Depósito Legal: Z-934-06
I.S.S.N.: 02/3 - 3725

Imprime: **STYLO Digital**
Miguel de Unamuno, 15 • 50018 Zaragoza
Tel. 976 743 971 • stylo@stylodigital.com

Este Volumen de los Anales de Mecánica de la Fractura recoge las 100 comunicaciones presentadas en el XXIII Encuentro del Grupo Español de Fractura, celebrado en Albarracín (Teruel) los días 29, 30 y 31 de marzo de 2006, organizado por la Sociedad Española de Integridad Estructural-Grupo Español de Fractura, y el Instituto de Investigación en Ingeniería de Aragón (I3A), de la Universidad de Zaragoza.

En este vigésimo tercer Encuentro hemos contado con la participación de tres relevantes conferenciantes invitados, los profesores Dr. M. H. Ferri Aliabadi, Director del Área de Estructuras Aeroespaciales del Imperial College de Londres y profesor del Departamento de Aeronáutica (Imperial College), Dr. David Taylor, investigador del Trinity Centre for Bioengineering, del Trinity Collage, de la Universidad de Dublín y profesor del Departamento de Ingeniería Mecánica y Fabricación de dicha Universidad, y Dr. Federico París Carballo, Director de la Escuela Técnica Superior de Ingenieros de la Universidad de Sevilla y profesor del Departamento de Mecánica de Medios Continuos, Teoría de Estructuras e Ingeniería del Terreno. Continuando con la brillante iniciativa surgida en el vigésimo primer Encuentro, y por tercer año consecutivo, se cuenta con el aliciente de la publicación de los artículos más relevantes en dos revistas incluidas en el JCR como son *Engineering Failure Analysis* y *Fatigue and Fracture of Engineering Materials*. Una vez más agradecemos a los responsables de estas revistas su colaboración, y a los autores su esfuerzo en esta meta.

Los editores deseamos agradecer el apoyo y esfuerzo realizado a todas las entidades que han colaborado en la organización y financiación del Encuentro, especialmente al Ministerio de Ciencia y Tecnología, a la Diputación General de Aragón, al Vicerrectorado de Investigación de la Universidad de Zaragoza, y al Ayuntamiento de Albarracín. Tampoco deseamos olvidar el gran esfuerzo realizado por parte de las empresas afines a este encuentro, que con su patrocinio han contribuido a hacer posible la organización de este Encuentro: Instron Ltd., SEM S.A., MTS, Zwick GmbH & Co., e IZASA.

También deseamos expresar nuestro agradecimiento a los miembros del Comité Científico, a nuestros compañeros del Instituto Tecnológico de Aragón y del Instituto de Investigación de Ingeniería de Aragón de la Universidad de Zaragoza, que han participado activamente en la organización. Por último, no podemos olvidar mencionar a todos los autores de los trabajos presentados, que con su esfuerzo han hecho posible la publicación de este vigésimo tercer volumen de los Anales de Mecánica de la Fractura.

Albarracín, marzo de 2006.

José A. Bea Cascarosa
María de los Ángeles Pérez Ansón

Gustavo V. Guinea Tortuero
Antonio Martín Meizoso

**ANALES DE MÉCÁNICA DE LA FRACTURA
VOL. I (2006)**

ÍNDICE

CONFERENCIAS INVITADAS

A NEW GENERATION OF BOUNDARY ELEMENT METHOD FOR DAMAGE TOLERANCE ASSESMENT OF AEROSTRUTURES. M.H. Aliabadi	3
THE FRACTURE MECHANICS OF BONE. David Taylor	7
MECÁNICA DE LA FRACTURA DE GRIETAS DE INTERFASE, APLICACIÓN AL ESTUDIO DEL FALLO ENTRE FIBRAS A COMPRESIÓN DE MATERIALES COMPUESTOS. F. París, E. Correa, V. Mantič	13

TÉCNICAS EXPERIMENTALES

APLICABILIDAD DEL MÉTODO DE NORMALIZACIÓN DE LA CARGA DE OBTENCIÓN DE CURVAS J-R EN ACEROS. S. Rivera, C. Rodríguez, F.J. Belzunce, J. Sánchez	25
ESTIMACIÓN DEL COMPORTAMIENTO A FATIGA TORSIONAL DE UN ACERO ESTRUCTURAL. M. Canales, C. Gómez, S. Calvo, J.L. Núñez, J.L. Pelegay	33
ESTUDIO DEL COMPORTAMIENTO CÍCLICO DE UN ACERO ESTRUCTURAL BAJO ESTADOS DE DEFORMACIÓN BIAxIAL EN INICIO DE GRIETA. C. Gómez, M. Canales, S. Calvo, J.L. Núñez, J.L. Pelegay	39
DISEÑO Y VALIDACIÓN DE UN UTENSILIO PARA ENSAYOS DE TRACCIÓN Y FRACTURA DE PROBETAS SUMERGIDAS EN Z_n LÍQUIDO. J. Carpio, J.A. Álvarez, J.A. Casado y F. Gutiérrez-Solana	45
DETERMINACIÓN DEL CRECIMIENTO DE FISURA MEDIANTE TÉCNICAS TERMOGRÁFICAS DE INFRARROJOS. I. Carrascal, R. Lacalle, J.A. Casado, J.A. Álvarez	51
VALIDATION OF MULTIAXIAL FATIGUE MODELS FOR STRUCTURAL STEELS. L. Reis, B. Li and M. Freitas	57
MEDIDA DE LA INFLUENCIA DE LA VELOCIDAD DE DEFORMACIÓN EN LA TENACIDAD DE PANELES AGLOMERADOS DE TIPO DM. J. Aldazabal, N. Ibarra, N. Lasa, A. López, A. Martín- Meizoso, I. Sarasqueta, J. Tamayo	63
ENSAYOS DE CORTE CONFINADOS PARA LA DETERMINACIÓN DE LAS PROPIEDADES DE FRACTURA MIXTA DE HORMIGÓN. Oscar I. Montenegro, Domingo Sfer, Ignacio Carol	67
IMPACTO DE BAJA ENERGÍA DE PLATOS INYECTADOS DE POLIESTIRENO ALTAMENTE ORIENTADOS. A.B. Martínez, M. Sánchez- Soto, J. Viana, J.A. Navas	73

UTILIZACIÓN DEL ENSAYO MINIATURA DE PUNZONAMIENTO (Small Punch Test) EN LA CARACTERIZACIÓN MECÁNICA DE ACEROS. J. Autillo, M.A. Contreras, C. Betegón, C. Rodríguez y F.J. Belzunce	77
MICRODAÑO POR INDENTACIÓN AGUDA VICKERS EN ACERO EUTECTOIDE PROGRESIVAMENTE TREFILADO. B. González, J.C. Matos, V. Kharin, J. Toribio	85
EFFECTO DE LA PRE-FISURACIÓN POR FATIGA SOBRE LA CORROSIÓN BAJO TENSIÓN DE MATERIALES. E. A. Jáñez y J. Toribio	91
OBTENCIÓN DE LA TEMPERATURA DE REFERENCIA T_0 EN UN ACERO DE ALTA RESISTENCIA P690QL2 PARA SU USO EN RECIPIENTES A PRESIÓN. R. Lezcano, M. Cabañas, F.J. Belzunce	95

MÉTODOS ANALÍTICOS Y NUMÉRICOS

MODELO ANALÍTICO PARA ESTUDIAR LA PROPAGACIÓN DE FISURAS EN MODO MIXTO EN ELEMENTOS DE HORMIGÓN ARMADO. APLICACIÓN DEL BRIDGED CRACK MODEL. A. Carpintero, J.R. Carmona y G. Ventura	103
PREDICCIÓN DE FALLO POR FATIGA EN ENTALLAS BAJO CARGA BIAxIAL MEDIANTE TEORÍA DE DISLOCACIONES. V. Chaves, A. Navarro	109
CÁLCULO DE LA TENACIDAD DE FRACTURA PARA FISURAS PROFUNDAS EN ALAMBRE DE ALTA RESISTENCIA. J. Sánchez Montero, J. Fullea García, M. Carmen Andrade Perdrix	115
CRECIMIENTO DE GRIETAS EN UNA JUNTA DE FLEXIÓN SIMÉTRICA DE UN BICRISTAL DE COBRE. A. Luque, J. Aldazabal, J.M. Martínez-Esnaola, J. Gil Sevillano	121
UNA FORMULACIÓN TENSORIAL ALTERNATIVA DEL ESTADO TENSIONAL Y DEFORMACIONAL EN EL FRENTE DE GRIETA. D. Fernández Zúñiga, A. Fernández Canteli, E. Castillo	127
ANÁLISIS MESO-ESTRUCTURAL DE LA RETRACCIÓN POR SECADO DE HORMIGÓN. A. E. Idiart, C.M. López, I. Carol	135
ANÁLISIS MEDIANTE X-FEM DE LA ORIENTACIÓN DE GRIETA EN UN PROBLEMA DE FRETTING- FATIGA CON CONTACTO COMPLETO. E. Giner, A. Vercher, J.E. Tarancón, O.A. González y F.J. Fuenmayor	141
APLICACIÓN A MATERIALES ELASTOPLÁSTICOS DE LOS CRITERIOS DE ROTURA EN ENTALLAS EN U. F.J. Gómez y M. Elices	147
DEFORMACIÓN ELÁSTICA DE FIELTROS. A. Ridruejo, C. González y J. Llorca	153
SIMULACIÓN NUMÉRICA DE LAS CURVAS DE PROPAGACIÓN DÚCTIL ESTÁTICAS Y DINÁMICAS. I. Peñuelas, C. Betegón, J.J. del Coz	159
BEHAVIOR OF CONCRETE UNDER BIAxIAL LOADING. 3D MESO-MECHANICAL AND NUMERICAL APPROACH. A. Caballero, I. Carol, C.M. López	165

MODELADO DE LA INDENTACIÓN DE ESTRUCTURAS MICROELECTRÓNICAS EN SECCIÓN TRANSVERSAL MEDIANTE ELEMENTOS COHESIVOS.

D. González, J.M. Molina-Aldereguia, I. Ocaña, M.R. Elizalde, J.M. Sánchez, J.M. Martínez-Esnaola, J. Gil-Sevillano, G. Xu, D. Pastuso, B. Sun, B. Miner, J. He, J. Maiz..... 171

SIMULACIÓN DEL EFECTO DEL TAMAÑO EN LA DEFORMACIÓN PLÁSTICA DE MONOCRISTALES MEDIANTE DINÁMICA DE DISLOCACIONES.

J. Segurado, I. Romero, J. Llorca 177

DETERMINACIÓN DE LA INTEGRAL J EN VIGAS ROBLONADAS DE ACERO ESTRUCTURAL ANTIGUO MEDIANTE MÉTODOS DE ESTIMACIÓN.

J. Moreno, A. Valiente 183

CONSIDERACIONES ENERGÉTICAS DE LA DILATANCIA Y SU INFLUENCIA EN LA FISURACIÓN EN MODO MIXTO PARA MATERIALES CUASIFRÁGILES.

V.O. García Álvarez, C.M. López Garello 189

ANÁLISIS NUMÉRICO DE FRACTURA DINÁMICA DE POLIMEROS FRÁGILES.

J.A. Loya, K. Ravi-Chandar..... 195

ESTUDIO PRELIMINAR DEL MODELO DE GURSON CON PARÁMETROS DEPENDIENTES DE LA TRIAXIALIDAD.

G. Vadillo, J. Fernández-Sáez 201

INFLUENCIA DEL CAMPO RESIDUAL TENSO-DEFORMACIONAL EN LA FRAGILIZACIÓN POR HIDRÓGENO DE ACEROS DE PRETENSADO.

V. Kharin, J.G. Ballesteros, J.A. Blanco, D. Vergara y J.Toribio..... 207

INFLUENCIA DE LA VELOCIDAD DE DEFORMACIÓN EN LA FRAGILIZACIÓN POR HIDRÓGENO DE ALAMBRES ENTALLADOS DE ACERO EUTECTOIDE.

D. Vergara, M. Lorenzo, V. Kharin, J. Toribio 213

CÁLCULO DEL TÉRMINO NO SINGULAR DE TENSIONES EN UNA GRIETA 3D MEDIANTE UNA INTEGRAL INDEPENDIENTE DEL DOMINIO.

J.E. Ortiz, V. Mantić y F. París 219

DINÁMICA DISCRETA DE DISLOCACIONES EN CRISTALES.

M.P. Ariza, M. Ortiz, A. Ramasubramanian..... 225

EL MÉTODO DE LOS ELEMENTOS DE CONTORNO APLICADO A MECÁNICA DE LA FRACTURA EN SÓLIDOS PIEZOELÉCTRICOS.

J.A. Sanz, M. Solís, M.P. Ariza..... 231

CRECIMIENTO DE GRIETA POR FATIGA ALEATORIA MEDIANTE EL MÉTODO DE LOS ELEMENTOS FINITOS EXTENDIDO.

J. Grasa, J.A. Bea, J.F. Rodríguez, M. Doblaré..... 237

APLICACIONES PRÁCTICAS EN INGENIERÍA

EFECTO DE LAS TENSIONES RESIDUALES SOBRE LAS PRESTACIONES DE DIVERSOS COMPONENTES.

A. M. Irisarri 245

CARACTERIZACIÓN DE LA DUCTILIDAD Y DEL COMPORTAMIENTO MECÁNICO A VELOCIDAD DE DEFORMACIÓN VARIABLE DE HORMIGONES DE ALTA RESISTENCIA.

G. Ruiz, J.R. Del Viso y J.R. Carmona..... 251

ROTURA RETARDADA DEL ACERO INOXIDABLE 17-7 A. García-Pontes, J.C. Glez, J.A. Rodríguez, E.J. Herrera	257
EFFECTO DE UN RECUBRIMIENTO DEL TIPO SOL-GEL EN LA VIDA A FATIGA DE LA ALEACIÓN DE ALUMINIO 2024-T3 A. Monsalve, M. Toledano, M. Páez, A. Artigas, A. Castillo y Y. Sepúlveda	263
PEQUEÑOS INVENTOS PARA EL ANÁLISIS EXPERIMENTAL DE PROBETAS SINGULARES EN MECÁNICA DE FRACTURA. J.M. Alegre, D. Ferreño, F.Gutiérrez-Solana Salcedo	269
SIMULACIÓN DEL EFECTO DE LA PLASTIFICACIÓN EN LA PROPAGACIÓN DE FISURAS POR FATIGA EN MODO MIXTO. D. Ferreño, J.M. Alegre, J.M. Revilla	275
MÉTODO EFICIENTE PARA LA IDENTIFICACIÓN DE FISURAS EN ELEMENTOS MECÁNICOS. L. Rubio, B. Muñoz, P.J. Lorca	281
IDENTIFICACIÓN DE FISURAS EN ELEMENTOS MECÁNICOS A TORSIÓN MEDIANTE TÉCNICAS DE OPTIMIZACIÓN. L.Rubio, B. Muñoz, P.J. Lorca	287
MÉTODOS COMPUTACIONALES APLICADOS A LA PREDICCIÓN DE RESISTENCIA RESIDUAL DE PANELES DE ALA O FUSELAJE. F. Martín de la Escalera, E. Mirón, S. Santos, J. Fernández-Sáez	293
ANÁLISIS A FRACTURA DE RECIPIENTES A PRESIÓN FABRICADOS EN ACEROS DE ALTA RESISTENCIA “HSS”. M.A. Guerrero, M ^a C. Betegón	305
NUEVOS MATERIALES BASE ALUMINIO PARA MOLDES DE INYECCIÓN DE PLÁSTICOS. J.A. Picas, J. Guasch, A. Forn, A. Castaño, E. Ruperez	311
CENTRIFUGAL VERSUS CASTING GRAVITY TECHNIQUES OVER MECHANICAL PROPERTIES. G. Chirita, I. Stefanescu, D. Soares, F.S. Silva	317
DEVELOPMENT OF FRETTING FATIGUE APPARATUS. M. Buciumeanu, A.S. Miranda, F.S. Silva	323
INFLUENCIA DE LA FORMULACIÓN SOBRE LA CONDUCTA MECÁNICA DE UNA RESINA FENÓLICA. A. Valea, I. Mondragón, M.L. González	329
FACTORES DE INTENSIDAD DE TENSIONES Y PROPAGACIÓN DE FISURAS POR FATIGA EN GEOMETRÍAS CILÍNDRICAS. N. Álvarez, B. González, J.C. Matos, J. Toribio	333
REDISTRIBUCIÓN DEL ESTADO TENSIONAL EN ALAMBRES DE ACERO DE ALTA RESISTENCIA. M. Lorenzo, D. Vergara, V. Kharin y J. Toribio	339
INFLUENCIA DE LA FRACTURA DEL HORMIGÓN EN LA TENSIÓN TANGENCIAL DESARROLLADA EN LA INTERCARA DE PROBETAS DE HORMIGÓN CON ALAMBRE PRETESO. J.M. Benítez, J.C. Gálvez, B.S. Tork	345

ANÁLES DE MECÁNICA DE LA FRACTURA
VOL. II (2006)

ÍNDICE

FRACTURA DE MATERIALES METÁLICOS Y HORMIGÓN

ESTUDIO EXPERIMENTAL SOBRE LA PROPAGACIÓN DE FISURAS EN MODO MIXTO EN VIGAS DE HORMIGÓN ARMADO. J.R. Carmona, G. Ruiz, J.R. Del Viso	353
ESTUDIO DE LAS SUPERFICIES DE FRACTURA DE UNIONES OBTENIDAS MEDIANTE SOLDADURA POR DIFUSIÓN DINÁMICA DE ACEROS SAE 1045/WC-C ₀ (DEPOSITADO POR HVOF). J.M. Gómez de Salazar, J.M. Guilemany, M.I. Barrena, J.R. Miguel, S. Dosta, L. Matesanz	359
DISTRIBUCIÓN DE LAS ORIENTACIONES DE LOS PLANOS DE CLIVAJE. R. Rodríguez, I. Ocaña, A. Martín-Meizoso	365
RESISTENCIA Y TENACIDAD DE ALEACIONES DE ALUMINIO PRODUCIDAS MEDIANTE <i>NEW RHEOCASTING</i> . M. Da Silva y J.M. Rodríguez Ibabe	371
MEJORA EN LAS PROPIEDADES MECÁNICAS DEL ALUMINIO AM PULVIMETALÚRGICO. J.J. Fuentes, J.A. Rodríguez y E.J. Herrera	377
DETERMINACIÓN DE LA EVOLUCIÓN DE LA GRIETA EN FRETTING FATIGA CON CONTACTO ESFÉRICO. C. Navarro, S. Muñoz, J. Domínguez	383
INFLUENCIA DEL HIDRÓGENO EN LAS PROPIEDADES MECÁNICAS DE DOS FUNDICIONES DE GRAFITO ESFEROIDAL DE DIFERENTE COMPOSICIÓN QUÍMICA Y UNA FUNDICIÓN DE GRAFITO LAMINAR. A. Albístur Goñi, J. Fernández Carrasquilla	391
FRACTURE TOUGHNESS OF HIGH-DENSITY SINTERED STEELS. J. Bris, F. Benítez, A. Mateo, J. Calero, M. Anglada, L. Llanes	397
CORROSIÓN DE ARMADURAS GALVANIZADAS EXPUESTAS A SOLICITACIONES FÍSICO-MECÁNICAS. C. Alonso, F.J. Recio, M. Sánchez, D. Reaney, J. Fulla	403
EFFECT OF THE TEST CONDITIONS ON THE HOT DUCTILITY AND FRACTURE MECHANISMS OF A C-Mn STEEL. J. Calvo, J.M. Cabrera, A. Rezaeian, S. Yue	409
CARACTERIZACIÓN DE ALEACIONES DE CUPROALUMINIOS COMPLEJOS DETERMINACIÓN EXPERIMENTAL DE PARÁMETROS FUNDAMENTALES DE FATIGA Y FRACTURA. I. Cenoz-Echeverría, J. Fernández-Carrasquilla	415
EFFECTO DEL ENVEJECIMIENTO EN DOS ETAPAS EN COMPONENTES NRC. M.T. Baile, A. Forn, J. Goñi, I. Sarriés, E. Martín	423
MECANISMO DE CLIVAJE A MUY BAJAS TEMPERATURAS EN ACEROS DE ALTA RESISTENCIA. R. Rodríguez-Martín, I. Ocaña, A. Martín-Meizoso	427

EL TRATAMIENTO DEL CONFINAMIENTO EN LAS EVALUACIONES DE INTEGRIDAD ESTRUCTURAL.

S. Cicero, R.A. Ainsworth, F. Gutiérrez- Solana, J.A. Álvarez 433

EVALUACIÓN DE LA INTEGRIDAD ESTRUCTURAL DE COMPONENTES FRENTE A PROCESOS DE FISURACIÓN INDUCIDA POR EL AMBIENTE.

J.A. Álvarez, F. Gutiérrez-Solana y S. Cicero..... 441

DEFLEXIÓN DEL CAMINO DE FRACTURA ANISÓTROPA POR DELAMINACIÓN EN ACEROS DE PRETENSADO COMERCIALES.

F.J. Ayaso, B. González, J. Toribio 447

COMPORTAMIENTO EN FRACTURA DE ALAMBRES DE ACERO DE PRETENSADO.

J.C. Matos, B. González, J. Toribio 453

FRACTURA DE UNIONES EN UN ACERO SUPERDÚPLEX SOMETIDO A DIFERENTES TRATAMIENTOS TÉRMICOS POSTSOLDADURA.

T. Otárola, B. Bonnefois, M. Anglada, L. Coudreuse y A. Mateo 459

ANÁLISIS DE LA ROTURA DE UN PERNO DE SUJECIÓN DE UN SISTEMA DE ANDAMIAJE.

R. Lacalle, J.A. Álvarez y D. Ferreño 465

FRACTURA DE CERÁMICOS Y POLÍMEROS

ESTUDIO DE LA TENACIDAD A LA FRACTURA Y LA RESISTENCIA A LA ABRASIÓN EN EL GRES PORCELÁNICO MEDIANTE TÉCNICAS DE MICROINDENTACIÓN.

J.A. Cabezas Jiménez, J.C. Galiano Serrano, J. Pascual Cosp 473

INFLUENCE OF RESIDUAL STRESS ON CONE CRACK PROPAGATION IN BRITTLE MATERIALS UNDER BLUNT INDENTATION.

L. Ceseracciu, M. Anglada, E. Jiménez-Piqué 479

DAÑO DEL POLIPROPILENO REFORZADO CON MADERA: FRACTOGRAFÍA Y DESGASTE.

J. Aurrekoetxea, X. Gómez, I. Urrutibeascoa, M. Sarrionandia 485

EFFECTO DE LA HISTORIA TERMOMECAÁNICA SOBRE EL COMPORTAMIENTO A FRACTURA DE UN COPOLÍMERO EVOH.

O.O. Santana, M. Poñot, A. Gordillo, J. Gámez-Pérez, M. Ll. Maspoch..... 491

PROGRAMACIÓN DE FISURAS EN ENSAYOS DE FLEXIÓN EN TRES PUNTOS EN PMMA.

I. Villa, J.A. Loya, J. Fernández-Sáez..... 497

INFLUENCIA DE LA FORMULACIÓN SOBRE LA CONDUCTA MECÁNICA Y TÉRMICA DE UNA ALEACIÓN POLIAMIDA/POLIPROPILENO.

A. Valea, I. Mondragón, P.F. Salas, M.L. González 503

INFLUENCIA DE LA FORMULACIÓN DE UNA RESINA MODACRÍLICA SOBRE LAS PROPIEDADES MECÁNICAS Y TÉRMICAS.

A. Valea, I. Mondragón, M.L. González..... 509

COMPORTAMIENTO MECÁNICO DE ESPUMAS CERÁMICAS DE SiC.

M. Presas, J.Y. Pastor, J. Llorca 515

INFLUENCIA DE LAS TENSIONES RESIDUALES EN EL COMPORTAMIENTO CURVA R DE LOS MATERIALES CERÁMICOS LAMINADOS.

J. Gurauskis, A.J. Sánchez-Herencia, C. Baudín 521

DESARROLLO DE LOS MATERIALES ESTRUCTURALES DE ALÚMINA-TITANATO DE ALUMINIO.
S. Bueno, C. Baudín..... 527

COMPORTAMIENTO A FRACTURA DE FILMS DE NANOCOMPUESTOS DE UN COPOLÍMERO EVOH.
M.Ll. Maspoch, E. Franco-Urquiza, M. Boggio, H. Boitel, J.I. Velasco, O.O. Santana 533

FRACTURA DE MATERIALES COMPUESTOS:

MATERIALES COMPUESTOS NANOFIBRAS DE CARBONO/POLÍMERO: PROPIEDADES MECÁNICAS Y ESTUDIO FRACTOGRÁFICO.
J.M. Gómez de Salazar, M.I. Barrena, C. Vaca, J.C. Foguet, G. Morales 541

MEDIDA DE LA TENACIDAD DE FRACTURA A PARTIR DE ENTALLAS DE CARBUROS CEMENTADOS WC-C₀.
Y. Torres, R. Bermejo, L. Llanes, M. Anglada 547

PROPIEDADES MECÁNICAS DE MATERIALES SANDWICH EN FUNCIÓN DE SU CONFIGURACIÓN.
A. Valea, I. Mondragón, M.L. González..... 553

EL MÉTODO DE LOS ELEMENTOS DE CONTRONO AXISIMÉTRICO APLICADO AL ANÁLISIS DE GRIETAS DE INTERFASE EN MATERIALES COMPUESTOS REFORZADOS CON FIBRAS.
E. Graciano, V. Mantič, F. París, J. Varna 559

DEVELOPMENT OF PENETRATION RESISTANCE IN THE SURVIVAL CELL OF A FORMULA 1 RACING CAR.
G. Savage, I. Bomphray, M. Oxley 565

BIOMATERIALES Y BIOMECÁNICA

COMPORTAMIENTO TERMOMECÁNICO DE LOS VASOS SANGUÍNEOS HUMANOS.
J.M. Atienza, G.V. Guinea, F.J. Rojo, P. Aragoncillo, R. Burgos, M. Elices 575

ANÁLISIS BIOMECÁNICO DEL DESLIZAMIENTO DE LA CABEZA FEMORAL EN NIÑOS.
O. Pasetta, M.J. Gómez- Benito, J.M. García-Aznar, C. Barrios, M. Doblaré 581

MONOTONIC AND CYCLIC CONTACT OF A BIOACTIVE BILAYER COATING ON Ti6Al4V ALLOY IMPLANTS.
J. Pavón-Palacio, E. Jiménez-Piqué, M. Anglada, E. Saiz, A.P. Tomsia 587

EL EFECTO DE LA IRRADIACIÓN ULTRAVIOLETA SOBRE LA SEDA DE ARAÑA.
J. Pérez Rigueiro, M. Elices, G.R. Plaza, G.V. Guinea 593

SIMULACIÓN COMPUTACIONAL DE INTERFACES ÓSEAS.
P. Moreo, M.A. Pérez, J.M. García-Aznar, M. Doblaré 599

RESISTENCIA A LA FRACTURA DE POLIETILENOS ALTAMENTE RETICULADOS DE USO MÉDICO: EFECTO DE LA IRRADIACIÓN Y LOS TRATAMIENTOS TÉRMICOS.
F.J. Medel, J. Cegoñino, R. Ríos, J.A. Puértolas..... 605

FATIGA E INTERACCIÓN CON EL MEDIO AMBIENTE

ANÁLISIS COMPARATIVO DE DOS MODELOS PARA LA PROGRAMACIÓN Y EVALUACIÓN DE ENSAYOS DE FATIGA.

E. Castillo, A. Fernández Canteli, M. López Aenlle, A. Ramos, R. Koller 613

MEJORA DE LA FIABILIDAD EN EL DIMENSIONAMIENTO A FATIGA UTILIZANDO ANÁLISIS MODAL.

M. López Aenlle, R. Brincker, A. Fernández Canteli, L.M Villa García 623

ESPECIFICACIONES Y DISPERSIÓN DE RESULTADOS EN EL ENSAYO FIP DE CORROSIÓN BAJO TENSIÓN.

A. Valiente 629

INFLUENCIA DE LA IRRADIACIÓN NEUTRÓNICA EN LOS ACEROS UTILIZADOS EN LA TECNOLOGÍA NUCLEAR.

A. Jambrina, J.Toribio 635

THE ENVIRONMENT EFFECT ON FATIGUE CRACK GROWTH USING A NEW CHAMBER OF VACUUM.

M. de Freitas, F. Romeiro and M. da Fonte 641

EFFECTO DE LA MICROESTRUCTURA, FRECUENCIA Y TEMPERATURA EN EL COMPORTAMIENTO A FATIGA OLIGOCÍCLICA DE LAS ALEACIONES SOLDANTES 96.5Sn-3.5Ag Y 63Sn-37Pb.

A. Boulaajaj, J.M. Cabrera y J.M. Pardo 647

FRACTURA DE MATERIALES METÁLICOS Y HORMIGÓN

ESTUDIO EXPERIMENTAL SOBRE LA PROPAGACIÓN DE FISURAS EN MODO MIXTO EN VIGAS DE HORMIGÓN ARMADO

J. R. Carmona, G. Ruiz, J. R. del Viso

E.T.S. de Ingenieros de Caminos,
Canales y Puertos, Universidad de Castilla la Mancha
Avenida Camilo José Cela s/n, 13071 Ciudad Real
E-mail: jacinto.ruiz@uclm.es
Tfno: 926 29 53 00 Ext. 3276. Fax: 926 29 53 91

RESUMEN

El presente trabajo muestra los resultados de una serie de ensayos realizados con el objeto de analizar la propagación de fisuras en modo mixto en elementos de hormigón armado. Los ensayos fueron diseñados de tal modo que una única fisura se iniciara y posteriormente se propagara a través del elemento. Este hecho contrasta con otros estudios en hormigón armado donde el estudio de la propagación de las fisuras se realiza en elementos con una gran densidad de éstas. Los ensayos se realizaron con vigas de hormigón armado con una entalla asimétrica a un canto del apoyo. El dispositivo para realizar los ensayos fue a flexión en tres puntos. Hemos analizado tres tamaños diferentes y diversas cuantías de armado tanto longitudinal como con barras inclinadas. Estos ensayos pretenden ayudar a comprender mejor los mecanismos de propagación de las fisuras en modo mixto en elementos de hormigón armado.

ABSTRACT

This paper presents the results of a very recent experimental research program aimed at investigating mixed-mode fracture of reinforced concrete. The tests were designed so that only one single mixed mode crack generates and propagates through the specimen, as opposed to the usual dense crack pattern found in most of the tests in scientific literature. The specimens were three-point-bend beams of three different sizes. They were notched asymmetrically and reinforced with various ratios of longitudinal and of inclined reinforcement. These experiments may help to understand the mechanisms of crack initiation and propagation through reinforcing bars under mixed load conditions.

ÁREAS TEMÁTICAS PROPUESTAS: Fractura de Materiales Metálicos y Hormigón o Aplicaciones Prácticas en Ingeniería.

PALABRAS CLAVE: Hormigón armado, Fractura en modo mixto, Efecto de escala.

1. INTRODUCCIÓN

El presente artículo muestra los resultados de un programa experimental con el objeto de estudiar la propagación de fisuras en modo mixto, es decir, en presencia de tensiones normales y tangenciales en elementos de hormigón armado. Específicamente el programa ha sido diseñado para investigar la influencia del tamaño del elemento y de la posición y cuantía de armado. Esta investigación la podemos considerar como una continuación de anteriores investigaciones realizadas para estudiar la formación y propagación de fisuras en modo I en elementos de hormigón armado [1, 2, 3]. Con este estudio se pretende completar un análisis experimental sobre los diferentes tipos de fisuras y por ende sobre los diferentes tipos de fallo que pueden aparecer en elementos de hormigón armado.

La propagación de fisuras en modo mixto en elementos de hormigón en masa ha sido extensamente estudiada [4]. Por el contrario, en hormigón armado los estudios no son tan numerosos y en la mayoría de los casos no están enfo-

cados sino al estudio del proceso de propagación en sí, a la obtención de la carga máxima durante este proceso. En estos estudios, generalmente, los ensayos se realizan con vigas armadas, de tal forma que se produce una alta densidad de fisuras en el momento del fallo, lo cual dificulta, en nuestra opinión, el estudio del proceso de fractura y fallo. No obstante, se han realizado algunos estudios muy interesantes para analizar tanto el efecto del tamaño en la rotura por tracción diagonal como porque se produce este fallo. Estos estudios están enfocados principalmente para determinar la denominada resistencia frente a tracción diagonal en elementos de hormigón armado sin cercos. Ejemplos de éstos son los realizados por Bazant y Kazemi [5] y por Kim y White [6, 7].

Este artículo tiene el siguiente esquema. En la sección 2 presentamos el planteamiento de la campaña experimental realizada y la geometría de los elementos ensayados. En la sección 3 exponemos cómo hemos realizado la caracterización de los materiales utilizados. En la sección 4 se expone la metodología y control de los ensayos sobre las vigas de hormigón armado. En la sección 5 realizamos

una discusión de los resultados más relevantes obtenidos. Por último en la sección 6 extraemos las conclusiones del estudio realizado.

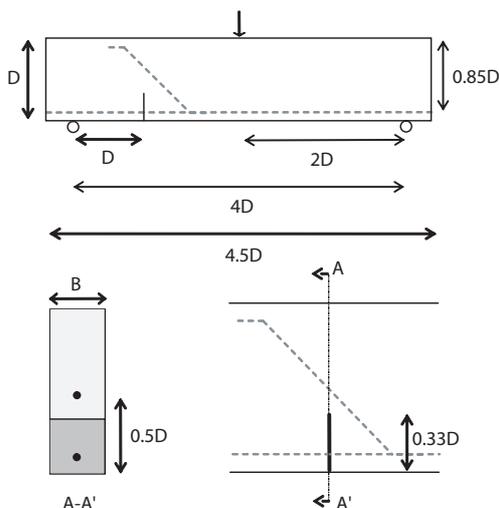


Figura 1: Geometría de los elementos ensayados.

2. PLANTEAMIENTO DEL PROGRAMA EXPERIMENTAL

La campaña de ensayos fue planteada para estudiar la propagación de fisuras en modo mixto en elementos de hormigón armado, observando la influencia del tamaño del elemento y la localización y la cuantía del armado. Asimismo pretendíamos analizar la variaciones en las trayectorias de las fisuras al variar los parámetros anteriormente señalados.

La geometría seleccionada para realizar los ensayos es la mostrada en la Fig. 1. Esta geometría fue utilizada para el estudio de de la propagación de fisuras en modo mixto en hormigón en masa por Jenq y Shah [8]. El elemento a analizar es una viga que se ensaya a flexión en tres puntos, véase la Fig. 1, con una entalla asimétrica situada a un canto del apoyo. Dicha entalla tiene una longitud de un tercio del canto. En el presente estudio hemos añadido una serie de armaduras, en la cara inferior (refuerzo de flexión) o atravesando la zona donde se espera que se genere la fisura en modo mixto (refuerzo de cortante). Para analizar el efecto de tamaño hemos realizado vigas de tres tamaños diferentes, $D = 75$ mm, 150 mm, y 300 mm. El ancho de las vigas se ha mantenido constante y es igual a 50 mm.

La armadura modifica la trayectoria de las fisuras y el mecanismo global de respuesta del elemento. La presencia de la entalla y el uso de cuantías de armado bajas, evita la aparición de numerosas fisuras, lo cual facilita el estudio de la propagación de las que se generan. En general se ha obtenido la propagación de una única fisura, bien en modo mixto con inicio en la entalla o bien una fisura de flexión en centro de vano. No obstante, en algunas configuraciones de armado con las cuantías más altas

ensayadas se han obtenido ambos tipos de fisuración.

El estudio se ha planteado de tal forma que el comportamiento de las vigas ensayadas reproduzca el comportamiento de vigas de tamaño ordinario y al mismo tiempo la mayor de las vigas tuviera un tamaño tal que su manipulación en el laboratorio fuera razonablemente sencilla. Como parámetro de comparación entre las vigas ensayadas y las vigas de tamaño ordinario adoptamos el denominado número de fragilidad de Hillerborg [9], β_H , el cual se define como el ratio entre el tamaño del elemento, representado en este caso por el canto D , y la longitud característica del material, l_{ch} [10]. Dos elementos con un valor similar de β_H presentan un comportamiento similar en fractura. En nuestra experimentación hemos conseguido para el micro-hormigón utilizado que la longitud característica tenga un valor de 90 mm aproximadamente. Para un hormigón ordinario esta longitud tiene un valor de unos 300 mm, de modo que una viga de medio metro de canto estaría representada, en esta investigación, por las vigas de tamaño intermedio, $D = 150$ mm.

3. CARACTERIZACIÓN DE LOS MATERIALES

3.1. Micro-hormigón

Se ha utilizado un micro-hormigón con un tamaño máximo de árido de 5 mm. La curva de compacidad para diseñar la mezcla ha sido la de Fuller y el cemento utilizado ha sido pórtland con una adición de puzolana, (ASTM II/A). Todo el cemento ha sido tomado del mismo depósito y guardado en un sitio seco hasta su uso. Las proporciones de la mezcla finalmente utilizada en peso fueron 3.2:0.45:1 (áridos : agua : cemento). Siempre hemos seguido un control estricto de todo el proceso de fabricación de las probetas, para poder minimizar las inevitables desviaciones de los resultados. En la Tabla 1 exponemos los resultados obtenidos en la caracterización de micro-hormigón.

	$f_c^{(a)}$ MPa	$f_{ts}^{(b)}$ MPa	E_c GPa	G_F N/m	l_{ch} mm
media	36.3	3.8	28.3	43.4	86.8
desv. std.	1.9	0.3	2.7	5.8	-

(a) Probeta cilíndrica, ensayo a compresión.

(b) Probeta cilíndrica ensayo brasileño.

Tabla 1: Características del micro-hormigón

Hemos realizado 3 ensayos a compresión y de obtención del módulo de elasticidad por cada amasada, de acuerdo con las especificaciones expuestas en la ASTM C 39-01 y C 469-94 respectivamente usando probetas cilíndricas de 75×150 mm (diámetro x altura). Para determinar la resistencia a tracción del hormigón, fueron realizados ensayos de tracción indirecta (brasileños), siguiendo las recomendaciones establecidas por la Norma ASTM C 496-96, también sobre cilindros de 75×100 mm. Para obtener las

propiedades en fractura del hormigón se realizaron ensayos a flexión en tres puntos sobre probetas de hormigón en masa entalladas. El método utilizado es el recomendado por Elices, Planas y Guinea [9].

3.2. Acero

Teniendo en cuenta las dimensiones de las vigas empleadas y para obtener las cuantías de acero deseadas, hemos usado barras con un diámetro inferior a los nominales de barras de acero para hormigón convencional en construcción. Hemos utilizado barras roscadas de 2.5 mm de diámetro. Este diámetro ha sido utilizado para determinar las propiedades del acero. Este diámetro ha sido utilizado para determinar las propiedades del acero. En la Tabla 2 indicamos las propiedades medidas para el acero de las barras roscadas.

E_s GPa	$f_{y,0,2}$ MPa	f_u MPa	ϵ_u %
174	563	632	4.6

Tabla 2: Características del acero.

La deformación de rotura en las barras roscadas es sensiblemente inferior a la que se esperaría si fueran lisas debido a los defectos producidos en el material por el proceso de realización del roscado. Estos defectos hacen que el daño se localice más rápidamente, produciéndose la rotura con una deformación inferior. El módulo de elasticidad está referido a la sección nominal adoptada 2.5 mm, por ello el valor obtenido es inferior al que se esperaría en un acero.

El valor de la adherencia entre acero y hormigón se ha determinado mediante unos ensayos *pull-out*, obteniéndose una tensión de adherencia para la intercara hormigón acero del orden de 5 – 8 MPa.

4. PROCEDIMIENTOS EXPERIMENTALES

Tal y como hemos descrito en la sección 2, la viga elegida para realizar los ensayos presenta una entalla asimétrica. La viga ha sido armada con barras de acero en la parte inferior, armado longitudinal, y con barras inclinadas a 45° en la zona de la entalla. En la Fig. 1 se detalla la geometría seleccionada así como las diferentes posiciones de las barras dentro del elemento. Las medidas son proporcionales al canto D del elemento.

Cada una de las vigas ensayadas se identifica por medio de una letra S, M, o L dependiendo del tamaño de la viga, $D = 75$ mm, 150 mm y 300 mm respectivamente. Esta letra va seguida de dos números: el primero indica el número de barras longitudinales y el segundo el número de barras inclinadas. Por ejemplo, la denominación M20

indica una viga de canto 150 mm, armada con dos barras longitudinales y sin ninguna barra inclinada.

Las vigas de hormigón armado fueron ensayadas a flexión en tres puntos midiéndose el desplazamiento en el punto de aplicación de la carga, δ , y el valor de ésta, P . Asimismo se ha colocado un extensómetro centrado en el ancho de la viga, sobre la cara traccionada en la entalla realizada, con el fin de medir el desplazamiento entre los labios de la misma, C_{MOD} . En todos los casos el ensayo se ha realizado controlando la velocidad del desplazamiento vertical del punto de aplicación de la carga. En las Figs. 2, 3 y 4 mostramos una selección de las curvas $P - \delta$ y $P-C_{MOD}$ representativas de los casos estudiados. También hemos realizado croquis con las trayectorias de las fisuras generadas en cada uno de los ensayos. Estos croquis complementan las medidas obtenidas durante los ensayos.

5. DISCUSIÓN DE RESULTADOS

La discusión de los resultados se ha organizado de la siguiente forma. Primero vamos a analizar el efecto sobre el comportamiento mecánico y la trayectoria de la fisura en presencia de barras inclinadas cuando no existe armado longitudinal. En segundo lugar vamos a analizar la influencia del armado longitudinal, cuando no se coloca armadura inclinada. Por último se combinarán los dos tipos de armado y se estudiará como se produce el fallo del elemento. En cada una de los apartados se mostrarán los resultados obtenidos para vigas con diferentes tamaños y así poder analizar su efecto.

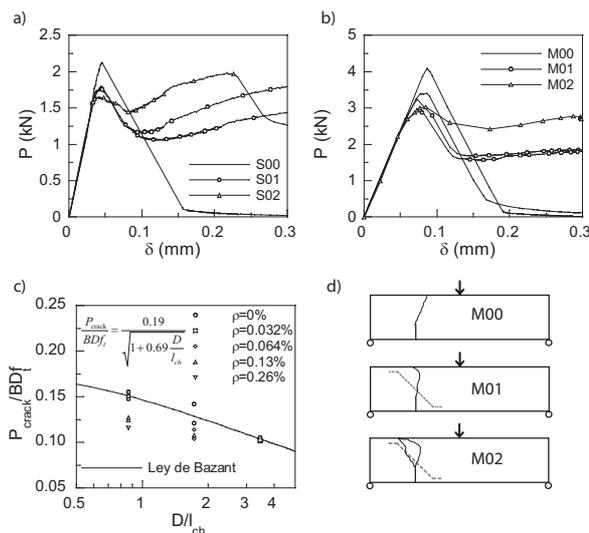


Figura 2: Resultados experimentales en vigas armadas con barras inclinadas y sin armado longitudinal: (a) curvas $P - \delta$ de vigas de 75 mm; (b) curvas $P - \delta$ de vigas de 150 mm; (c) efecto de escala de la carga máxima; (d) mapas de fisuración de las vigas de 150 mm.

5.1. Efecto de las barras inclinadas

En la Fig. 2, se muestran los resultados experimentales obtenidos en los ensayos de las vigas con armadura inclinada y sin armadura longitudinal. Como caso límite también se incluyen los resultados para vigas de hormigón sin ningún tipo de refuerzo, *S00*, *M00* y *L00*. En las Figs. 2a y b mostramos las curvas $P - \delta$ de las vigas de tamaño pequeño y mediano ($D = 75$ mm, 150 mm) respectivamente. Observamos, aunque sea trivial, que al colocar una armadura, se produce una estabilización del proceso de fractura. En el caso de vigas sin armadura la viga rompe de forma inestable tras alcanzar la carga máxima debido a que el ensayo se realiza controlando la posición del punto de aplicación de la carga. Hemos observado que cuanto más armadura se dispone el proceso se torna más estable y la capacidad mecánica del elemento aumenta.

No obstante, la carga máxima en el proceso de iniciación de la fisura disminuye al incrementar la cuantía de armado inclinado. De hecho la carga máxima para los elementos sin ningún tipo de armado es superior que en el caso de las vigas armadas con una barra, y ésta a su vez superior a las armadas con dos barras. Esta tendencia puede ser claramente observada en la Fig. 2c, donde se representan en ordenadas las cargas máximas durante inicio del proceso de fisuración de las vigas analizadas en esta sección, y en abscisas el canto del elemento expresado de forma adimensional. Este comportamiento aparentemente anormal podría ser explicado por los cambios que se producen en la trayectoria de las fisuras, inducidos por la presencia de armadura. En la Fig. 2d se representan las diferentes trayectorias en el caso de las vigas de 150 mm de canto para diferentes cuantías de armado inclinado. Podemos observar que la presencia de las barras modifica el ángulo de iniciación de la fisura, obteniéndose ángulos en el fondo de la fisura cada vez más verticales. Incluso para fases avanzadas del proceso de fractura a medida que aumenta la cuantía la fisura se vuelve paralela a la armadura inclinada.

Los ensayos sin ningún tipo de armado, al ser elementos entallados, son susceptibles de ser analizados mediante la ley de escala de Bazant [11]. En la Fig. 2c se ha representado la ley obtenida para las vigas ensayadas, tras realizar el correspondiente ajuste. Para las vigas armadas con barras inclinadas se produce también un efecto de escala resistiendo, para una misma cuantía, relativamente más las vigas de menor tamaño.

5.2. Efecto del armado longitudinal

La Fig. 3 muestra los resultados de los ensayos realizados en vigas armadas únicamente con armadura longitudinal. Se incluyen también como caso límite las vigas que no contienen armado alguno. La entalla representa a una fisura que ya ha atravesado el armado. Con estos ensayos se pretende estudiar la propagación de una fisura cuyo proceso de iniciación, predominantemente en modo *I* ya ha ocurrido, pudiéndose considerar que a partir de la en-

talla la fisura progresará en condiciones de modo mixto. De esta forma evitamos la aparición de más fisuras en el elemento ensayado.

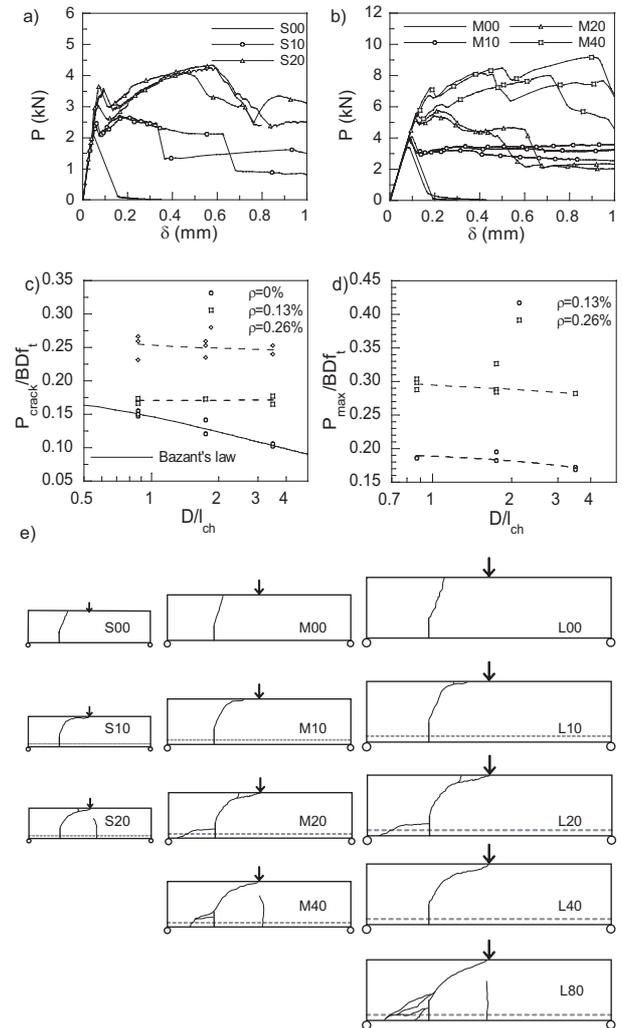


Figura 3: Resultados experimentales en vigas armadas con barras longitudinales y sin armado inclinado: (a) curvas $P - \delta$ de vigas de 75 mm; (b) curvas $P - \delta$ de vigas de 150 mm; (c) efecto de escala de la carga máxima inicial; (d) efecto de escala de la carga de que provoca el fallo por tracción diagonal; (e) mapas de fisuración (indicamos que para facilitar la observación de las trayectorias, los croquis representados no guardan la relación de escala utilizada en los ensayos).

En las Figs. 3a y b, se puede observar que la carga máxima inicial (primer pico) durante el proceso de iniciación de la fisura en la entalla esta fuertemente influenciada por la cuantía de armado, aumentando la carga de pico al aumentar la cuantía.

La geometría seleccionada para el ensayo junto con la presencia de la entalla hacen que el armado entre en carga desde el primer momento en el que se carga la viga, lo que provoca una hiper-resistencia asociada a la cuantía de armado. Este efecto de hiper-resistencia es similar a la que se obtendría en vigas sin entalla, siempre que el re-

cubrimiento crítico [12] sea superior al recubrimiento de las armaduras. Respecto al efecto de escala en este primer pico podemos ver como el efecto se atenúa al disponer armado longitudinal, Fig. 3c. En este gráfico representamos las cargas y canto de la viga de forma adimensionalizada, al igual que en la Fig. 2c. Se ha dibujado una línea (discontinua) con el promedio de los resultados de las cargas máximas para facilitar las comparaciones entre resultados. En el caso de las vigas sin armado se produce claramente el citado efecto de tamaño, el cual no es tan apreciable para las vigas con armadura longitudinal. También se puede destacar que la carga de iniciación del proceso de fractura crece a medida que se coloca más armadura.

En vigas con cuantías de armado igual o superior a 0.13 % hemos observado, tras la iniciación de la fisura, un progreso estable hasta alcanzar un punto en el que la carga disminuye, aun cuando la fisura continúa progresando. Este crecimiento inestable, en el sentido en que la carga disminuye al aumentar la longitud de la fisura, se produce tras una sensible apertura del CMOD a carga aproximadamente constante. Este fenómeno de crecimiento inestable es semejante al denominado fallo por tracción diagonal en elementos de hormigón armado sin armadura de cortante, (cercos). Tras este crecimiento inestable se forma una rótula bajo el punto de carga produciéndose el fallo por compresiones excesivas, o bien por plastificación y posterior rotura de las armaduras en la entalla, dependiendo de las características del microhormigón y de la cuantía y características del acero.

En la Fig. 3d representamos las cargas a las que se produce la propagación inestable, frente al tamaño del elemento, adimensionalizadas de igual modo que en la Fig. 2c. De la figura se deduce un leve efecto de escala, aunque el hecho más destacable es que la carga no tiende hacia una resistencia nula, sino que parece tender hacia una resistencia residual, función de la cuantía de armado. En todo caso podemos indicar que la resistencia del elemento está fuertemente influida por la cuantía de armado longitudinal.

Por último podemos también observar que las trayectorias de las fisuras son sensibles al incremento de armado longitudinal o de flexión, tal y como puede verse en la Fig. 3e. Sin embargo, el ángulo con el que se inician las fisuras prácticamente se mantiene constante e independiente de la cuantía de armado.

5.3. Efecto de los armados combinados

En la Fig. 4 mostramos curvas $P - \delta$ y P -CMOD así como diferentes mapas con las trayectorias de las fisuras de vigas tanto con armado longitudinal como con armadura inclinada. Como caso límite se incluyen los resultados de alguna viga con cuantía nula para alguna de las armaduras anteriormente señaladas.

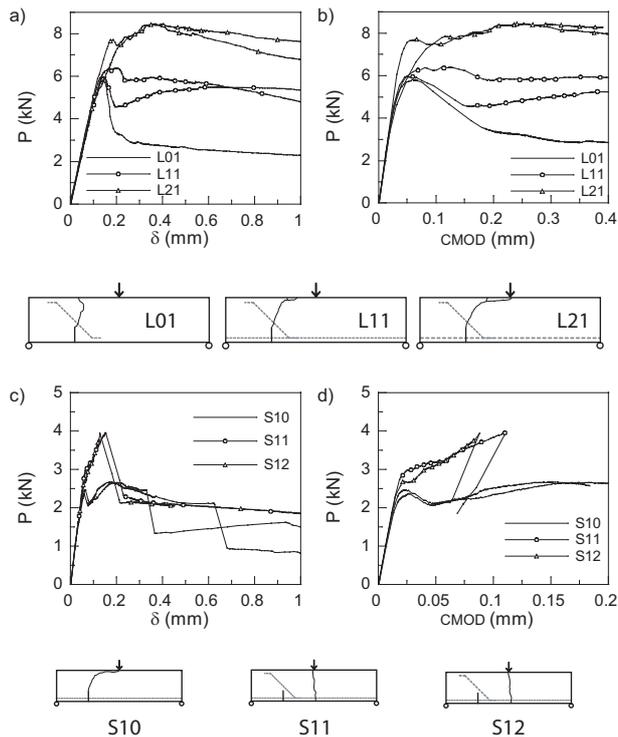


Figura 4: Efecto del incremento en las cuantías de armado: Curvas (a) $P - \delta$ y (b) P -CMOD de vigas de 300 mm con la cuantía de armadura inclinada constante; curvas (c) $P - \delta$ y (d) P -CMOD de vigas de 75 mm con la cuantía de armadura longitudinal constante

Las Figs. 4a y b muestran los resultados obtenidas para vigas de canto 300 mm con una única barra inclinada, y con armadura longitudinal variable (0, 1 o 2 barras). La comparación entre los resultados obtenidos para L01 y L11 revela que una pequeña cuantía longitudinal puede modificar de forma sensible la trayectoria de la fisura sin que la carga en el pico inicial muestre una importante variación. En el momento en que esta cuantía longitudinal aumenta se produce una hiper-resistencia, tal y como se explicó en el apartado 5.2. En el caso mostrado se observa que la fisura que progresa es la situada en la entalla. Debido a que la cuantía de armado longitudinal es muy baja, no se observa en ningún caso la aparición de una fisuración inestable con fallo por tracción diagonal.

Las Figs. 4c y d muestran los resultados obtenidos para vigas de 75 mm de canto en las que el armado longitudinal se ha mantenido constante y el armado inclinado se ha variado. Los mapas de fisuras muestran que, al colocar armaduras inclinadas evitamos la propagación de la fisura que se forma en la posición de la entalla en el caso S10, cambiándose por tanto el mecanismo de fallo de la viga. La colocación de esta armadura evita el progreso de la fisura en la entalla y el posterior fallo por tracción diagonal, produciéndose el fallo del elemento por una fisura que aparece en la zona central. El comportamiento final de este elemento es similar al de una viga débilmente armada sin entalla alguna. En los dos casos en los que se coloca armadura inclinada, S11 y S12, este refuerzo con-

trarresta la formación de la fisura en modo mixto, como ya hemos indicado. La Fig. 4d muestra que al formarse la fisura en el centro de vano se produce un retroceso en el C_{MOD} de la fisura de la entalla, lo que quiere decir que ésta se cierra. Indicamos que el comportamiento de las vigas S_{11} y S_{12} es sensiblemente similar si observamos las curvas $P - \delta$, aunque analizando las curvas $P-C_{MOD}$ podemos ver como al aumentar la cuantía de armado, la apertura del extensómetro situado en la entalla, $-C_{MOD}$ es menor en el momento de la formación de la fisura central.

6. CONCLUSIONES

Este artículo presenta los resultados de una reciente campaña experimental, con el objetivo de estudiar la propagación de fisuras en modo mixto en elementos de hormigón armado. Analizamos la influencia del tamaño del elemento y de diferentes disposiciones de armado en la respuesta en fractura. Los ensayos fueron diseñados de tal forma que se generaran unos mapas de fisuración lo más sencillos posibles y así poder estudiar de forma aislada el progreso de las fisuras que se formaran, en contraposición con la mayoría de estudios disponibles en la literatura sobre el tema. Hemos colocado una entalla en las vigas de hormigón armado, situada asimétricamente a un canto del apoyo. Diferentes cuantías de armadura longitudinal (flexión) e inclinadas (cortante) fueron dispuestas para realizar los ensayos. Todos los ensayos fueron realizados a flexión en tres puntos.

En las vigas sin armadura longitudinal y con armadura a cortante, ésta provoca un cambio en la trayectoria de la fisura respecto a la que se obtendría en elementos de hormigón en masa, lo cual provoca que las vigas resistan menos carga en la fase inicial del proceso de fisuración. Complementariamente, hemos ensayado también vigas con armado longitudinal y sin armadura a cortante. La carga inicial durante el proceso de fisuración es muy sensible al aumento de la cuantía de armado y, además, el efecto de escala para esta carga inicial se va atenuando respecto al que existiría sino se dispusieran armaduras. Este tipo de vigas siempre rompen por una fisura que va desde el fondo de la entalla al punto de aplicación de la carga. En los casos donde la cuantía de armado es elevada se ha observado un progreso de la fisura de forma inestable, es decir con una disminución de la carga aplicada. Este fenómeno es similar a la rotura por tracción diagonal, observada por otros autores en vigas de hormigón armado. Finalmente han sido ensayadas vigas donde se han combinado ambos tipos de armado, tanto longitudinal como, inclinado. En estos casos observamos como según la disposición del armado y la cuantía del mismo, se producen diferentes tipos de fallo. En particular, la armadura inclinada puede evitar el progreso de la fisura que se produce en la entalla provocándose el fallo de la viga por flexión.

AGRADECIMIENTOS

Los autores expresan su agradecimiento al Ministerio de Educación y Ciencia por la financiación concedida a

través del proyecto MAT2003-00843 y al Ministerio de Fomento por la ayuda BOE 305/2003. Jacinto Ruiz Carmona y Javier Rodríguez del Viso agradecen a la JCCM y al Fondo Social Europeo la beca pre-doctoral concedida.

REFERENCIAS

- [1] G. Ruiz, M. Elices, and J. Planas, Experimental study of fracture of lightly reinforced concrete beams. *Materials and Structures*, 31:683–691, 1998.
- [2] G. Ruiz, and J. R. Carmona, Experimental study on the influence of the shape of the cross-section and of the rebar arrangement on the fracture of lightly reinforced beams. *Materials and Structures*. In press.
- [3] J. R. Carmona, and G. Ruiz, Influencia de la forma de la sección y la distribución de las barras en la fractura de vigas de hormigón débilmente armadas con barras adherentes. *Anales de Mecánica de la Fractura*, 22:146–151, 2005.
- [4] S. P. Shah, S. E. Swartz, and C. Ouyang, *Fracture Mechanics of Concrete*. Wiley, New York. 1995.
- [5] Z. P. Bažant, and M. P. Kazemi, Size effect in diagonal shear failure. *ACI Structural Journal*, 88(3):268–276, 1991.
- [6] W. Kim, and R. N. White, Shear-critical cracking in slender reinforced concrete beams. *ACI Structural Journal*, 96(5):757–765, 1999.
- [7] W. Kim, and R. N. White, Hypothesis for localized horizontal shearing failure mechanism of slender RC beams. *Journal of Structural Engineering*, 125(10):1126–1135, 1999.
- [8] Y. S. Jenq and S. P. Shah, Mixed mode fracture of concrete. *International Journal of Fracture*, 38:123–142, 1988.
- [9] Z. P. Bažant, and J. Planas, *Fracture Size Effect in Concrete and Other Quasibrittle Materials*. CRC Press, Boca Raton. 1998.
- [10] P. E. Petersson, *Crack Growth and Development of Fracture Zone in Plain Concrete and Similar Materials*. Report No. TVBM-1006, Division of Building Materials, Lund Institute of Technology, Lund, Sweden. 1981.
- [11] Z. P. Bažant, Size effect in blunt fracture: Concrete, rock, metal. *Journal of Engineering Mechanics-ASCE*, 110:518–535, 1984.
- [12] G. Ruiz, Propagation of a cohesive crack crossing a reinforcement layer. *International Journal of Fracture*, 11:265–282, 1984.

ESTUDIO DE LAS SUPERFICIES DE FRACTURA DE UNIONES OBTENIDAS MEDIANTE SOLDADURA POR DIFUSIÓN DINÁMICA DE ACEROS SAE 1045/WC-Co (DEPOSITADO POR HVOF)

¹J. M. Gómez de Salazar, ²J. M. Guilemany, ¹M. I. Barrena, ²J. R. Miguel, ²S. Dosta, ¹L. Matesanz

¹ Dpto. Ciencia de los Materiales e Ingeniería Metalúrgica, Facultad de Ciencias Químicas, Universidad Complutense de Madrid, Avda. Complutense s/n, 28040 Madrid, España.

E-mail: gsalazar@quim.ucm.es

Tfno: 913 94 43 51. Fax: 913 94 43 51

² Centre de Projectió Tèrmica (CPT), Dept. de Ciència dels Materials i Enginyeria Metal·lúrgica, Universitat de Barcelona, C/ Martí i Franquès 1, 08028 Barcelona, España,

RESUMEN

Este trabajo tiene como objeto estudiar la aplicación de la soldadura por difusión dinámica, para mejorar la adhesión de recubrimientos de WC-Co, obtenidos por proyección térmica (HVOF), sobre sustratos de acero al carbono SAE 1045. Las uniones (Acero/WC-Co/Ni25Cu/Acero) fueron realizadas en un horno de inducción, con aplicación de carga cíclica 10 minutos, manteniendo la temperatura a 850 ± 5 °C. En todas las uniones pudieron ser distinguidas diferentes zonas de reacción, como resultado de la interdifusión de los elementos de aleación a través de las intercaras de unión. En la intercara acero/WC-Co proyectado, formada durante el proceso de unión, se observa la desaparición de la zona deformada plásticamente, provocada durante el proceso de proyección, y la unión química producida por la interdifusión de los elementos del acero y la capa proyectada. Todas las uniones fueron caracterizadas mecánicamente. Posteriormente a los ensayos de tracción, se realizó un estudio de las superficies de fractura, en el cuál se pudo observar que todas las uniones rompen por delaminación de la capa proyectada (WC-Co).

ABSTRACT

The objective of this paper was to study the application of dynamic diffusion bonding technique to improve adhesion of WC-Co HVOF sprayed coatings on SAE 1045 carbon steel substrates. The joints (Steel/ WC-Co/Ni25Cu/Steel) were obtained in a high frequency induction heating machine applying cyclic load during 10 minutes at a temperature of 850 ± 5 °C. In all joints can be distinguished different reacted zones caused by diffusion processes across the joint interfaces. At the sprayed coating interface steel/WC-Co, can be observed the disappearance of the plastic deformation zone in the substrate, which was originated during the thermal spray process. It was also observed a reacted zone caused by inter-diffusion of alloy elements of steel and sprayed coating. Tensile tests were performed in all joints. Fractographic study shows that the failure occurs through the WC-Co coating by delamination processes.

ÁREAS TEMÁTICAS PROPUESTAS: Fractura de materiales metálicos y hormigón.

PALABRAS CLAVE: Fractura, Soldadura, Proyección térmica.

1. INTRODUCCIÓN

Los materiales con aplicaciones en trabajos de corte y forja deben tener una superficie resistente a la abrasión y un sustrato con la tenacidad adecuada. La necesidad de obtener herramientas con distintas combinaciones de propiedades en su estructura, ha conducido a la obtención de recubrimientos de metal duro. Estos recubrimientos mejoran la resistencia al desgaste de las piezas de acero y alargan su vida útil en un factor de al menos 2 o 3 [1]. Los recubrimientos obtenidos por proyección térmica son de gran interés en aplicaciones donde son necesarias alta resistencia al desgaste, a la corrosión y a alta temperatura. Los recubrimientos tipo cermet obtenidos por la técnica HVOF (High Velocity Oxy Fuel), son ampliamente utilizados para obtener recubrimientos densos de alta dureza y excelente resistencia al desgaste [2]. Estas propiedades son resultado de una óptima adherencia del recubrimiento al

sustrato y bajas porosidad y tendencia a formar fases frágiles durante el proceso de deposición [3,4].

La adherencia al sustrato es uno de los factores más importantes a tener en cuenta en este tipo de materiales, debido al tipo de cargas a las que suelen estar sometidos. Las partículas proyectadas a alta velocidad, impactan sobre la superficie del sustrato y se unen a él mediante anclaje mecánico. El propio proceso de proyección, así como la diferente naturaleza de los materiales, provocan tensiones en la intercara de proyección que limitan sus propiedades y por tanto, sus posibles aplicaciones. Con el objeto de eliminar las tensiones residuales y mejorar tanto la adherencia con el sustrato como su resistencia a desgaste, se ha estudiado la posibilidad de realizar tratamientos térmicos [5-7] y tratamientos termomecánicos (HIP) [8-12]. Mediante la aplicación de ciclos de temperatura se consigue la eliminación de tensiones en la intercara, mejorando así la adherencia al sustrato mediante procesos difusivos.

Con la aplicación de presión se elimina la porosidad existente entre los splats generados durante el proceso de proyección. Entre 600 y 850°C empieza a observarse la aparición de fases cristalinas $Co_xW_yC_z$ provocadas por la cristalización de la fase amorfa existente en la estructura del recubrimiento de WC-Co. Estas fases frágiles aumentan la dureza del recubrimiento, y por tanto la fragilidad de éste.

Este trabajo tiene como objeto estudiar la aplicación de la técnica de soldadura por difusión dinámica en recubrimientos de WC-Co, obtenidos por proyección térmica (HVOF) sobre sustratos de acero. Con esta técnica se consiguen realizar uniones heterogéneas con buenas propiedades [13]. La utilización de ciclos de presión promueve la deformación plástica necesaria para la difusión, a cargas y tiempos muy inferiores a las técnicas de soldadura por difusión convencionales [14,15].

2. PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL

Los recubrimientos de WC-Co se realizaron sobre un sustrato de acero al carbono, SAE 1045. La composición química de este acero se muestra en la tabla 1.

Elementos	C	Mn	Si	P	S	Fe
(% wt)	0.400	0.733	0.241	0.034	0.031	Bal.

Tabla 1: Composición química del acero SAE 1045.

Sobre sustratos cilíndricos de acero ($\varnothing=25,4$ mm x $h=25,4$ mm) fueron proyectados polvos de WC-Co disponibles comercialmente. Los sustratos fueron desengrasados con acetona y chorreados con corindón antes de realizar la proyección, con el fin de obtener una rugosidad superficial media (Ra) de 5µm. Todas las muestras fueron proyectadas utilizando un sistema de proyección de alta velocidad (HVOF) Sulzer Metco DJH 2700. Como gases fueron utilizados mezclas de propileno (combustible), oxígeno (comburente) y aire (gas portador), con caudales de 75-85 l·min⁻¹ de C₃H₆, 250-260 l·min⁻¹ de O₂ y 370-380 l·min⁻¹ de aire.

Las uniones Acero/WC-Co/Ni25Cu/Acero se efectuaron mediante procesos de soldadura por difusión dinámicos. Antes de la realización de las uniones, el acero fue recubierto electrolíticamente con níquel (15µm) y cobre (5µm), con objeto de obtener un intermediario dúctil de soldadura de composición aproximada Ni25Cu (20µm). Esta aleación es elegida como intermediario de soldadura debido a la buena solubilidad existente con los dos materiales a unir y al coeficiente de dilatación térmica, intermedio entre ambos. La disposición de las probetas utilizadas en el ensayo de soldadura por difusión se muestra en la figura 1a. Las uniones fueron realizadas en un horno de inducción de alta frecuencia, con sistema hidráulico de aplicación de carga cíclica. Las condiciones del ciclo de soldadura llevado a cabo en este trabajo se muestran en la figura 1b.

Sobre todas las uniones se llevaron a cabo ensayos de tracción para determinar la resistencia de las uniones y evaluar la relación entre las propiedades mecánicas y los cambios microestructurales originados durante el ciclo de soldadura. Estos ensayos fueron realizados en una máquina universal de ensayos, utilizando una carga constante de 0.1 MPa·s⁻¹. Con el fin de determinar los mecanismos de fractura que tienen lugar en las muestras estudiadas, se realiza un estudio de las superficies de fractura, así como un estudio microestructural de las intercaras de unión. Los cambios microestructurales en las uniones y las superficies de fractura obtenidas, tras los ensayos mecánicos, fueron estudiadas mediante microscopía electrónica de barrido (SEM) utilizando un microscopio Jeol 6400.

Con el fin de comprobar la posible formación o no de fases endurecedoras en las intercaras de unión y en el recubrimiento proyectado, fueron llevadas a cabo medidas de microdureza Vickers (50 gf), utilizando un microdurómetro Leica VMHT MOT

3. RESULTADOS

3.1 Caracterización microestructural

Se ha realizado un estudio microestructural de las muestras, antes y después del proceso de unión, con el fin de evaluar las variaciones microestructurales producidas durante el ciclo de soldadura por difusión dinámica.

La microestructura del recubrimiento antes de la aplicación del ciclo de soldadura (figura 2), revela la deformación de la estructura perlítica del sustrato, producto del proceso de proyección a alta velocidad. Se puede apreciar, también, la homogeneidad y continuidad obtenida a lo largo de todo el recubrimiento.

La microestructura de la intercara sustrato/WC-Co obtenida después del ciclo de soldadura realizado es el mostrado en la figura 3. Debido al ciclo térmico aplicado se produce la solubilización y posterior recristalización del sustrato. Este hecho elimina las tensiones producidas durante el proceso de proyección y por tanto, la deformación plástica observada antes de la soldadura.

Los procesos difusivos, que son activados termomecánicamente, producen una interfase en la intercara de proyección, resultado de la difusión de los elementos de aleación de ambos materiales. El análisis de esta interfase (figura 4) indica que se trata de una solución sólida compleja compuesta de Fe, W y Co. Debido a los procesos de interdifusión a través de la interfase originada, se produce una unión química, mejorando así la adherencia de la capa proyectada. El estudio microestructural del recubrimiento no muestra evidencias de posibles cambios microestructurales ocasionados durante el ciclo de soldadura, así como tampoco se aprecia una disminución en la porosidad del mismo.

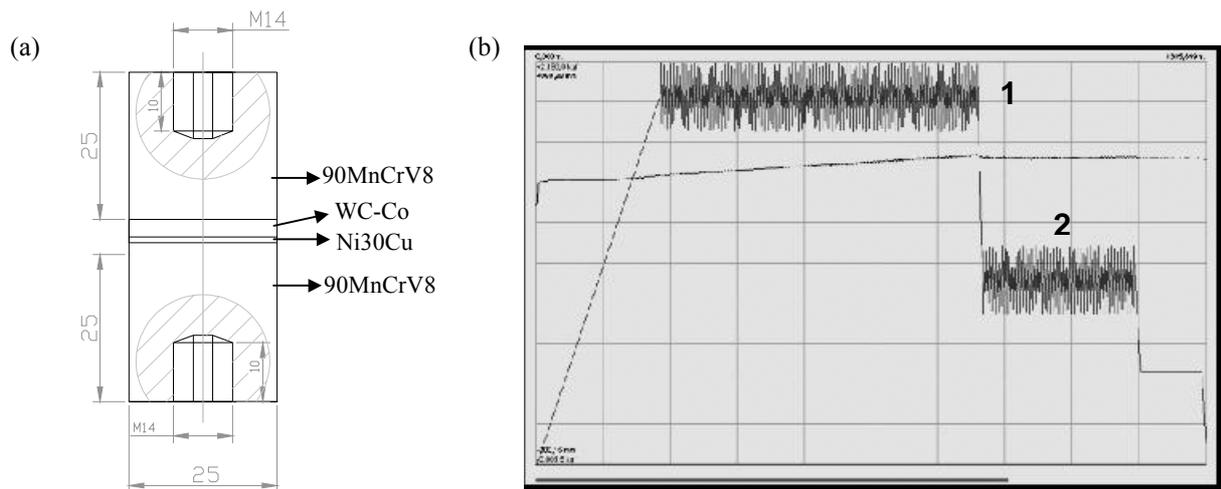


Figura 1. (a) Disposición y dimensiones de las probetas ensayadas (b) Ciclo de soldadura por difusión dinámica:
 Isotherma 1: $850 \pm 5 \text{ }^\circ\text{C}$, Carga 1: $14 \pm 2 \text{ kN}$, Frecuencia 1: 4Hz , Tiempo 1: 10 min.
 Isotherma 2: $600 \pm 5 \text{ }^\circ\text{C}$, Carga 2: $8 \pm 2 \text{ kN}$, Frecuencia 2: 4 Hz , Tiempo 2: 5 min.

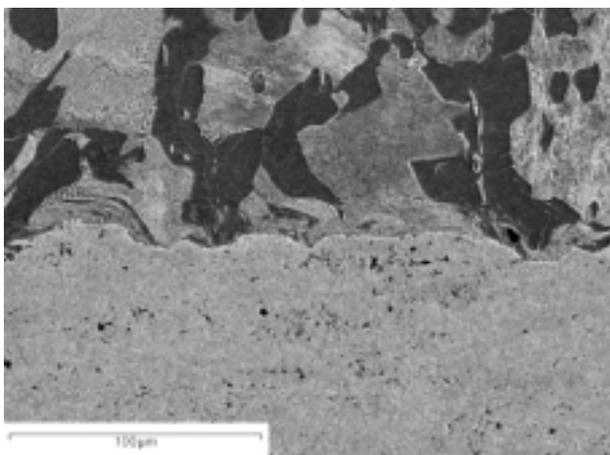


Figura 2. Microestructura de la intercara de proyección Acero/WC-Co antes del ensayo de soldadura por difusión dinámica.

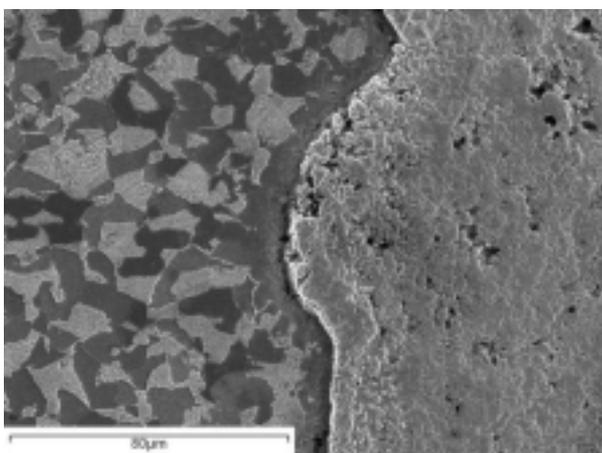


Figura 3. Microestructura de la intercara de proyección Acero/WC-Co después del ensayo de soldadura por difusión dinámica.

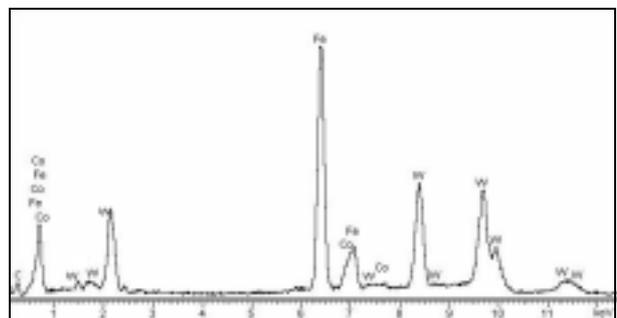


Figura 4. Análisis EDX de la interfase formada en la intercara sustrato/WC-Co durante el ciclo de soldadura por difusión dinámica.

En la figura 5 se muestra la microestructura de la intercara WC-Co/Ni25Cu/Acero. Debido a la difusión de los elementos de aleación, se observa la perfecta continuidad en la intercara del intermediario con el acero, así como la formación de una zona de reacción en la intercara con el WC-Co. Los fenómenos difusivos de mayor importancia tienen lugar para el caso del W y Fe. El WC se descompone durante el ciclo de soldadura y el W difunde unas pocas micras a través de la intercara WC-Co/Ni25Cu. Por otro lado, el Fe difunde desde el acero hasta la intercara WC-Co/Ni25Cu, si bien a $1\mu\text{m}$ de la intercara el contenido en Fe no supera el 1%.

3.2 Caracterización mecánica

Se realizaron medidas de microdureza Vickers en las secciones transversales de los recubrimientos, antes y después del ensayo de soldadura. En las muestras soldadas las medidas se realizaron a aproximadamente $50 \mu\text{m}$ de ambas intercaras, con el objeto de evaluar los efectos del ciclo de soldadura en las propiedades del recubrimiento.

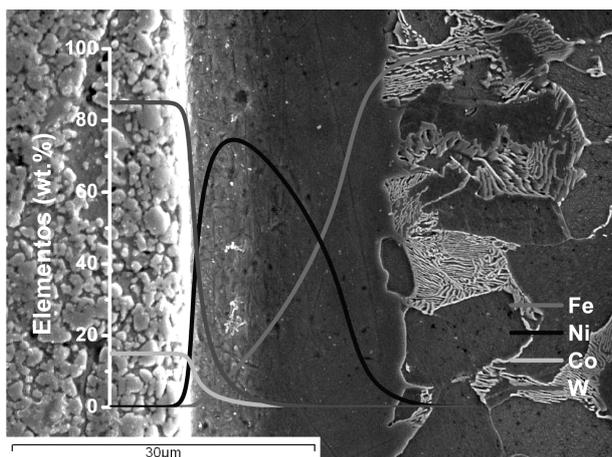


Figura 5. Microestructura de la intercara WC-Co / Ni25Cu / Acero.

Los valores de microdureza antes (1536 HV) y después del ciclo de soldadura (1528 HV) no muestran un aumento en la dureza del recubrimiento en la zona cercana a la intercara con el sustrato. Este hecho indica que no se han producido cambios microestructurales de importancia, como la formación de fases frágiles, durante el ciclo térmico utilizado. Se observa, sin embargo, una disminución en los valores de dureza del recubrimiento en la zona cercana al intermedio de soldadura. Esta disminución puede ser debida a la descomposición del carburo y posterior difusión del W durante el ciclo de soldadura, por efecto de la temperatura y la presión. Este hecho, produce un aumento gradual de la tenacidad del recubrimiento y de la resistencia de la intercara WC-Co/Ni25Cu.

La resistencia media obtenida en los ensayos tracción es de 32 MPa. La probeta rompe en todos los casos por el recubrimiento, como se puede observar en la figura 6, lo que confirma que la resistencia de las intercaras obtenidas, después del proceso de soldadura por difusión dinámica, es a la del propio recubrimiento.

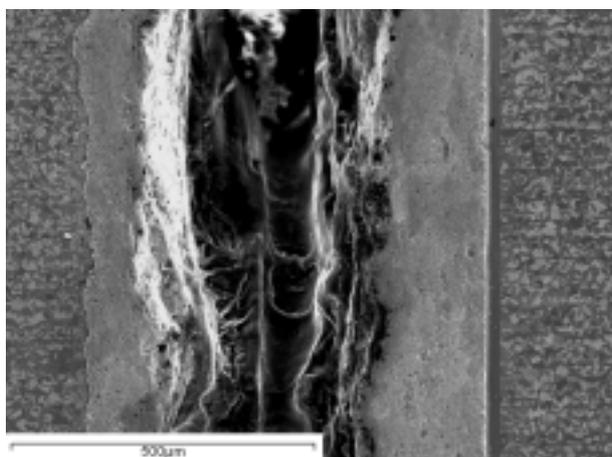


Figura 6. Sección transversal de la fractura obtenida tras el ensayo de tracción.

3.3 Superficies de fractura

Una vez realizados los ensayos de resistencia a tracción se analizaron las superficies de fractura de las muestras. Como se puede observar en la figura 7, el fallo del recubrimiento, íntegramente de tipo cohesivo, se produce mediante mecanismos de delaminación.

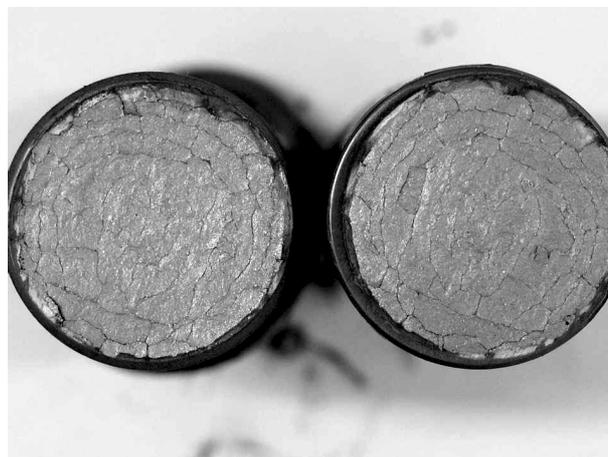


Figura 7. Imagen de las superficies de fractura .

Se observa, asimismo, la distribución radial de la fractura, la cual comienza en los bordes de la probeta, donde se concentra el mayor número de defectos, propagándose hacia el centro de la misma, paralelamente a la superficie.

Las imágenes obtenidas de las superficies de fractura muestran que la rotura se produce a través de las diferentes láminas que constituyen el recubrimiento (figura 8a). En esta estructura laminar las diferentes láminas (splats) no quedan totalmente adheridas entre sí dejando poros entre ellas (figuras 8b y 8c). Esta falta de adherencia, junto con la formación de fases secundarias intrínsecas al proceso de proyección térmica, es la causante de la fragilidad de estos recubrimientos.

La porosidad y los óxidos existentes entre las partículas de WC actúan como sitios preferentes de nucleación de grietas, que se propagan paralelas al recubrimiento, a través de las intercaras de las diferentes partículas (splats), produciendo la separación de las partículas originando la rotura del recubrimiento.

6. CONCLUSIONES

Utilizando técnicas de soldadura por difusión dinámica se ha conseguido obtener intercaras de alta calidad.

La activación de los procesos difusivos produce la interdifusión de los elementos de aleación hacia ambos lados de las intercaras, aumentando la resistencia de las intercaras y provocando la fractura de las uniones a través del recubrimiento, mediante mecanismos de delaminación.

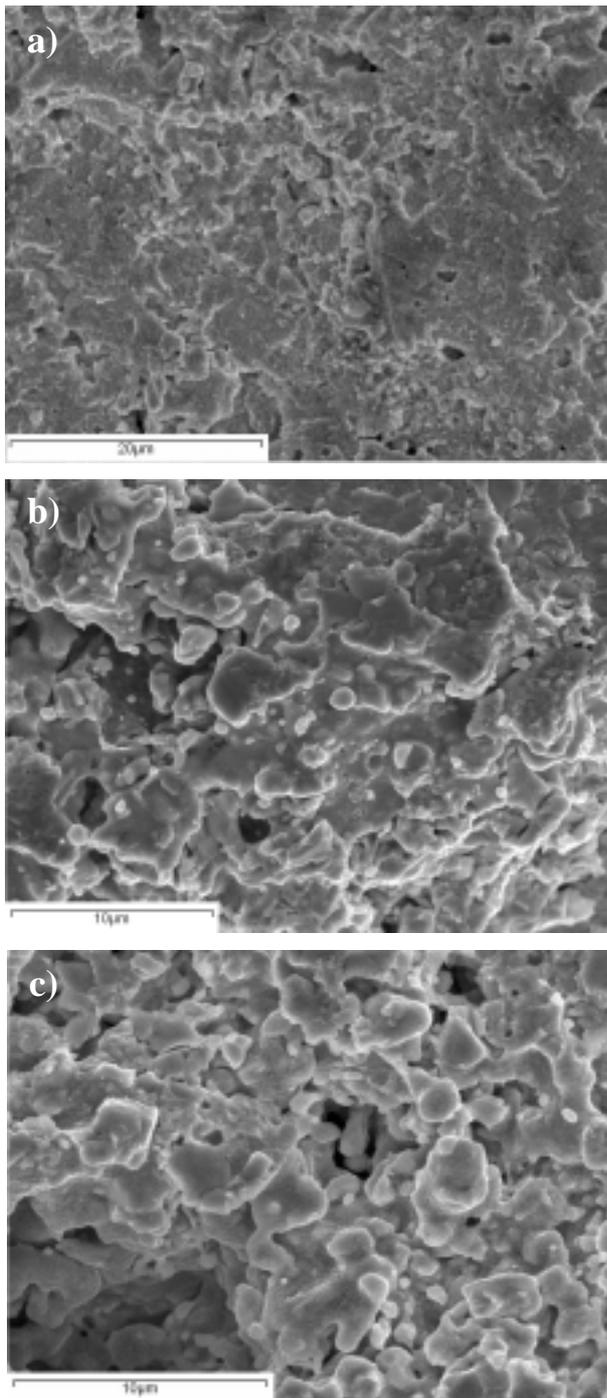


Figura 8. Imágenes SEM de las superficies de fractura.

AGRADECIMIENTOS

Los autores desean agradecer su financiación al proyecto MAT 03-05004-C02-00.

REFERENCIAS

[1] A.T. Santhanam, P. Tierney and J.L. Hunt: *Cemented Carbides. Properties and selection: Non ferrous alloys and special purpose materials*, ASM Handbook, Vol. 2, 10th ed., ASM International, Ohio, 1998.

[2] Sobolev, V.V., Guilemany, J.M. and Nutting, J., *High velocity oxy-fuel Spraying*, W.S. Maney and Son Ltd., Leeds, UK, 2004.

[3] Li, C.-J., Wang, Y.-Y., Ji, G.-C. and Ohmori, A., "Effect of types of ceramics materials in aggregated powder on the adhesive strength oh high velocity oxy-fuel sprayed cermet coatings", *Surface and Coatings Technology*, 145 (1-3), pag.113-120, 2001.

[4] Wang, Y.-Y., Li, C.-J., Ohmori, A., "Examination of factors influencing the bond strength of high velocity oxy-fuel sprayed coatings", *Surface and Coatings Technology*, 200 (9), pag. 2923-2928, 2006.

[5] Wang, Y.-Y., Li, C.-J., and Ohmori, A., "Effect of substrate roughness induced by grit blasting upon adhesion of WC-17% Co thermal sprayed coatings", *Thin Solid Films*, 377-378, pag. 657-664, 2000.

[6] Khameneh Asl, Sh., Heydarzadeh Sohi, M., Hokamoto, K. and Uemura., M., "Effect of heat treatment on wear behavior of HVOF thermally sprayed WC-Co coatings", *Wear*, In Press, 2005.

[7] Stewart, D.A., Shipway, P.H., and McCartney, D.G., "Influence of heat treatment on the abrasive wear behaviour of HVOF sprayed WC-Co coatings", *Surface and Coatings Technology*, 105 (1-2), pag. 13-24, 1998.

[8] Stewart, R. and Ahmed, S., "Contact fatigue failure modes in hot isostatically pressed WC-12%Co coatings", *Surface and Coatings Technology*, 172 (2-3), 200, pag. 204-216, 2003.

[9] Stoica, V., Ahmed, R., Itsukaichi, T. and Tobe, S., "Sliding wear evaluation of hot isostatically pressed (HIPed) thermal spray cermet coatings", *Wear*, 253 (11), pag. 1103-1124, 2004.

[10] Stewart, S., Ahmed, R. and Itsukaichi, T., "Rolling contact fatigue of post-treated WC-NiCrBSi thermal spray coatings", *Surface and Coatings Technology*, 190 (2-3), pag. 171-189, 2005.

[11] Khor, K.A. and Gu, Y.W., "Hot isostatic pressing of plasma sprayed yttria-stabilized zirconia", *Materials Letters*, 34 (3-6), pag. 263-268, 1998.

[12] Pfender, E., Chen, H.C. and Heberlein, J., "Structural changes in plasma-sprayed ZrO₂ coatings after hot isostatic pressing", *Thin Solid Films*, 293 (1-2), pag. 227-235, 1997.

[13] Kazakov, N.F., *Diffusion bonding of metals*. Pergamon Press, Moscow, 1981.

[14] Menéndez, M., *Soldadura por difusión dinámica del acero A.S.T.M. 1045*, Tesina, 1999.

[15] Le Page, G., Hourcade, M., Criqui, B., "Comportement mécanique d'assemblages en acier 27CD4 et 100C6 soudés rapidement par soudage-diffusion-dynamique" *Journal de Physique IV*, Colloque C7, supplément au Journal de Physique III, Vol. 3, pag. 1073-1076, 1993.

DISTRIBUCIÓN DE LAS ORIENTACIONES DE LOS PLANOS DE CLIVAJE

R. Rodríguez^{1,2}, I. Ocaña^{1,2}, A. Martín-Meizoso^{1,2}

¹CEIT (Centro de Estudios e Investigaciones Técnicas de Gipuzkoa)
Paseo de Manuel Lardizábal, 15, 20018-San Sebastián, España
E-mail: ameizoso@ceit.es
Tfno: 943 21 28 00 Ext. 2284. Fax: 943 21 30 76

y
²Escuela Superior de Ingenieros, TECNUN, Universidad de Navarra
Paseo de Manuel Lardizábal, 13, 20018-San Sebastián, España
e-mail: ameizoso@ceit.es

RESUMEN

Las fracturas por clivaje en los materiales cúbicos tienen lugar habitualmente por los planos $\langle 001 \rangle$. En un cristal cúbico existen tres conjuntos de planos con orientaciones $\langle 001 \rangle$ disponibles para la fractura por clivaje. Los cristales se romperán por la mejor de las tres orientaciones disponibles. Mediante simulación numérica se calcula la distribución espacial del plano mejor orientado en un material cúbico, policristalino y homogéneo. Se concluye que la propagación del clivaje es intrínsecamente inestable y, bajo carga constante, catastrófica.

ABSTRACT

Cleavage fracture of cubic materials takes place usually along $\langle 001 \rangle$ planes. In a cubic crystal there are three sets of $\langle 001 \rangle$ orientations available for cleavage. The crystal will cleave along the best oriented from the three. The distribution of the best oriented cleavage plane is computed by simulation for a homogeneous polycrystalline cubic material. It is proved that cleavage fracture is intrinsically unstable and, under constant applied load, catastrophic.

ÁREAS TEMÁTICAS PROPUESTAS: Fractura de materiales metálicos.

PALABRAS CLAVE: Clivaje, aceros, micromecanismos de fractura

1. INTRODUCCIÓN

A temperaturas lo suficientemente bajas, la fractura por clivaje de los aceros y otros materiales cúbicos ocurre de forma transgranular, separando los planos cristalográficos $\langle 001 \rangle$. Es bien conocido que la tenacidad a la fractura tiene una dispersión muy pequeña cuando las fracturas ocurren a temperaturas muy bajas, como es el caso de las fracturas a -196°C (77 K, normalmente con las probetas sumergidas en nitrógeno líquido [1]), también es conocido que la fractura por clivaje está controlada por la tensión [2-4]. Normalmente, previamente a la realización del ensayo de fractura, se crece una finísima grieta mediante fatiga. Esta grieta de fatiga muestrea el material, intersecando un gran número de cristalitas (granos), como se muestra en el esquema de la figura. 1. Si suponemos un material homogéneo y macroscópicamente isótropo, resulta posible calcular la distribución de las orientaciones de los granos intersecados, con respecto a la normal al plano de la grieta de fatiga. Se ha desarrollado un código de ordenador para calcular la distribución de la

orientación cristalográfica mejor orientada para el clivaje entre el conjunto de tres disponibles en cada cristalita cúbica (bcc o fcc). Típicamente el número de granos intersecados por el frente de una grieta de fatiga ronda las 500 cristalitas, para una probeta de 25 mm de grosor.

2. DESCRIPCIÓN DEL MODELO

La orientación espacial de un cristal viene especificada mediante el empleo de tres ángulos de Euler o tres índices de Miller. La orientación de un plano $\langle 001 \rangle$ se define mediante el empleo de dos ángulos: θ , ϕ . Supondremos el primer ángulo, θ , entre la normal al plano y la normal al plano que contiene la grieta (que coincidirá con la dirección de carga en el modo I y también el eje z). Los subíndices 1 a 3 se emplean para referirnos a cada una de las tres posibles orientaciones de los planos $\langle 001 \rangle$ disponibles en cada cristalita, véase la figura. 2. Para el conjunto de todos los granos intersecados por el frente de la grieta de fatiga, estas orientaciones deberán distribuirse

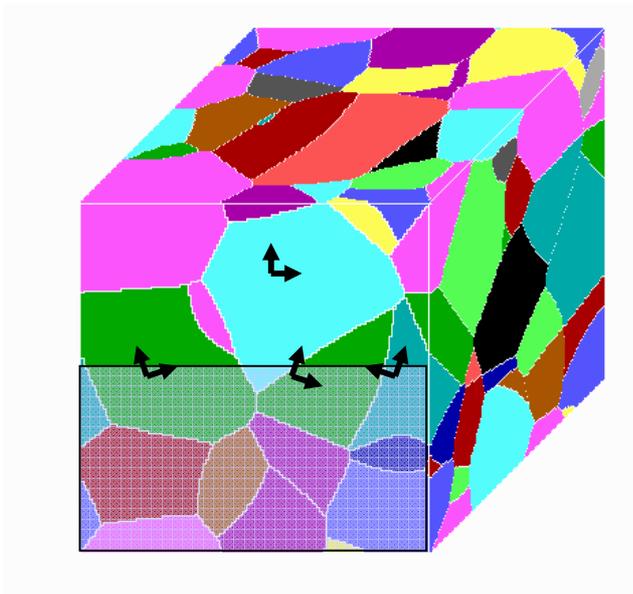


Figura 1. Esquema del frente de una grieta de fatiga muestreando un material policristalino. Los colores representan las diferentes orientaciones de las cristalitas (granos).

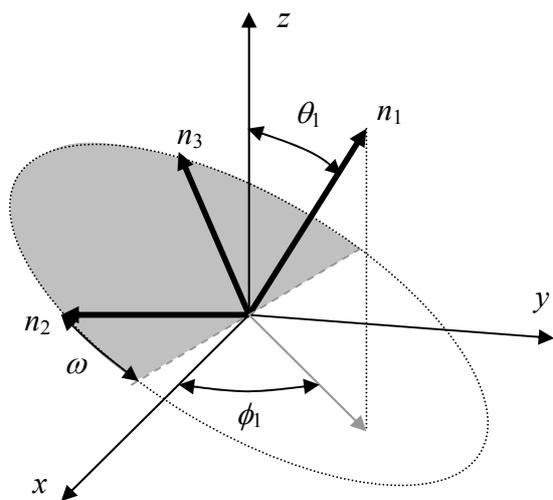


Figura 2. Símbolos y ejes empleados para especificar la orientación de un cristal.

de forma uniforme sobre una semiesfera (si el material no tiene una textura cristalográfica muy marcada).

Se obtiene una distribución espacial uniforme generando

$$\theta_1 = \arccos(1 - rand) \tag{1}$$

en donde *rand* representa un número aleatorio uniformemente distribuido entre 0 y 1 (la mayoría de los lenguajes de programación disponen de subrutinas para la

generación de este tipo de números pseudo-aleatorios).

El segundo ángulo, que especifica una familia de planos de clivaje, se genera como

$$\varphi_1 = 2\pi \cdot rand \tag{2}$$

Obsérvese que este segundo *rand* es un segundo número aleatorio diferente del empleado en la ecuación (1).

Obviamente las proyecciones de la normal de este plano de clivaje, sobre una semiesfera de radio unidad, vendrán dados por:

$$\begin{aligned} x_1 &= \sin \theta_1 \cdot \cos \varphi_1 \\ y_1 &= \sin \theta_1 \cdot \sin \varphi_1 \\ z_1 &= \cos \theta_1 \end{aligned} \tag{3}$$

Un tercer número aleatorio se emplea para definir las orientaciones del segundo y tercer conjunto de planos de clivaje dentro de la cristalita; ambos perpendiculares al primero y entre sí. Por conveniencia introduciremos un tercer ángulo ω

$$\begin{aligned} \omega &= \frac{\pi}{2} rand \\ \theta_2 &= \arccos(\sin \theta_1 \cdot \sin \omega) \\ \varphi_2 &= \arctan \frac{\cos \varphi_1 \cdot \cos \omega - \cos \theta_1 \cdot \sin \varphi_1 \cdot \sin \omega}{-\sin \varphi_1 \cdot \cos \omega - \cos \theta_1 \cdot \cos \varphi_1 \cdot \sin \omega} \\ \theta_3 &= \arccos(\sin \theta_1 \cdot \cos \omega) \\ \varphi_3 &= \arctan \frac{-\cos \varphi_1 \cdot \sin \omega - \cos \theta_1 \cdot \sin \varphi_1 \cdot \cos \omega}{\sin \varphi_1 \cdot \sin \omega - \cos \theta_1 \cdot \cos \varphi_1 \cdot \cos \omega} \end{aligned} \tag{4}$$

De las dos posibles normales a un plano de clivaje conservaremos aquellas orientaciones cristalograficas que se proyecten sobre la semiesfera superior (la opuesta se proyectará sobre la semiesfera inferior, no representada).

La figura 3 muestra la proyección de 5000 cristalitas, cada una con 3 conjuntos de planos de orientación <001>. La figura 3 nos muestra una distribución uniforme de las orientaciones sobre la semiesfera y también una distribución uniforme de los colores (rojo, azul y verde) empleados para indicar cada una de las tres posibles orientaciones de los planos de clivaje dentro de un grano (con subíndices 1, 2 y 3). También se muestra un triedro con líneas de colores trazadas desde el origen; MatLab® permite rotar la figura en el espacio y comprobar la ortogonalidad del triedro.

Para cada grano, en particular, conservaremos la mejor de las tres posibles orientaciones del plano de clivaje, aquella con la mayor proyección sobre la dirección de carga

(vertical en las figuras). Hasta el momento, un cálculo analítico era posible, pero para seleccionar la mejor de las tres posibles orientaciones cristalográficas mutuamente perpendiculares, el camino más expedito es probablemente la simulación mediante ordenador. La figura 4 muestra los resultados obtenidos para las 5000 cristalitas consideradas en la figura 3. Obsérvese que, en la figura 4, la orientación que conservamos ya no se distribuye de forma uniforme sobre la semiesfera (sin embargo, no existe preferencia por ninguno de los tres colores, como debería ocurrir).

3. RESULTADOS

La figura 5 muestra la distribución de las orientaciones de los (mejores) planos de clivaje. Numerosas orientaciones se sitúan próximas a la dirección de carga. Las mayores desorientaciones son de $54.74^\circ = \arccos(1/\sqrt{3}) = 0.9553$ rad, que corresponden a aquellas cristalitas con la orientación $\langle 111 \rangle$ coincidente con el eje vertical.

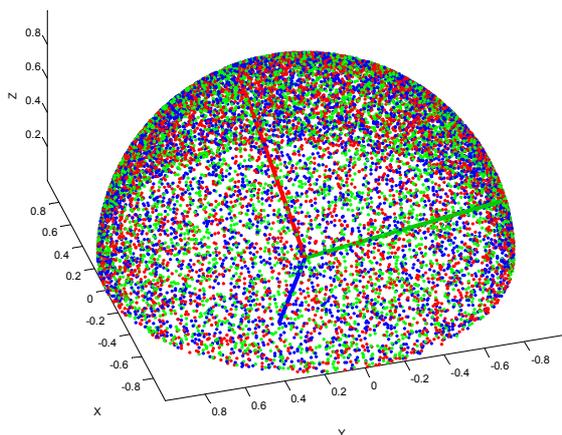


Figura 3. Distribución espacial de las orientaciones de cinco mil cristales, orientados al azar, con sus correspondientes 15,000 orientaciones de posibles planos de clivaje $\langle 001 \rangle$. Cada orientación, correspondiente a un grano, se representa en un color diferente (rojo, verde y azul). También se muestra, en líneas continuas, el triedro correspondiente a un grano aleatorio.

Una regresión polinómica de la distribución acumulada de las desorientaciones viene dada por:

$$cdf = 10^3 (((((((1.322\theta - 5.530)\theta + 9.752)\theta - 9.451)\theta + 5.498)\theta - 1.972)\theta + 0.4345)\theta - 5.817 \times 10^{-2})\theta + 6.119 \times 10^{-3})\theta - 1.772 \times 10^{-4})\theta \quad (5)$$

en donde θ se introduce en radianes ($0 \leq \theta \leq 0.9553$ rad).

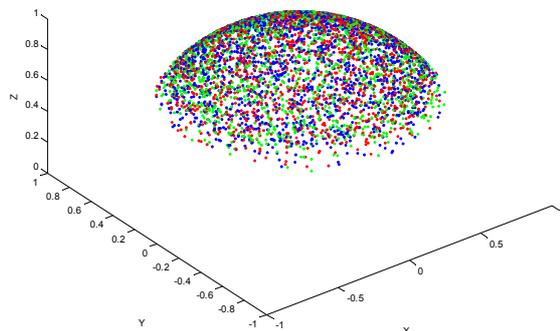


Figura 4. Distribución del plano $\langle 001 \rangle$ mejor orientado con respecto a la dirección de tracción (eje vertical). Se han conservado únicamente las 5000 mejores orientaciones de las 15000 disponibles en la figura 3, una por cristalita.

Es probablemente mucho más útil la regresión de los ángulos de desorientación frente a la probabilidad acumulada:

$$\theta = 10^4 ((((((((-0.1832r + 0.9833)r - 2.265)r + 2.929)r - 2.335)r + 1.186)r - 0.3831)r + 7.651 \times 10^{-2})r - 8.989 \times 10^{-3})r + 6.762 \times 10^{-4})r \quad [\text{rad}] \quad (6)$$

A efectos de simulación es posible generar directamente la correcta distribución de desorientaciones introduciendo un número aleatorio r en la ecuación (6), uniformemente distribuido entre 0 y 1. El ángulo θ se obtiene en radianes. Las ecuaciones (5) y (6) representan polinomios de grado 10 (sin término independiente), escritos de la mejor forma computacional posible [5].

La Figura 6 muestra la tensión necesaria para fracturar los diferentes cristales situados a lo largo del frente de la grieta de fatiga. La tensión, en el eje de abscisas, se muestra normalizado por la tensión requerida para clivar el grano mejor orientado (con un plano de clivaje coincidente con el plano de la grieta de fatiga). A esa tensión nos hemos tomado la libertad de designarla como la tensión ideal.

4. CONCLUSIONES

De la figura 6 se concluye que para la mayor desorientación posible, aquella en la que la orientación $\langle 111 \rangle$ es paralela a la dirección de tracción, el aumento de la tenacidad es de un 72%. Este sería el caso de un material ideal completamente texturado, con la orientación $\langle 111 \rangle$ paralela a la dirección de carga.

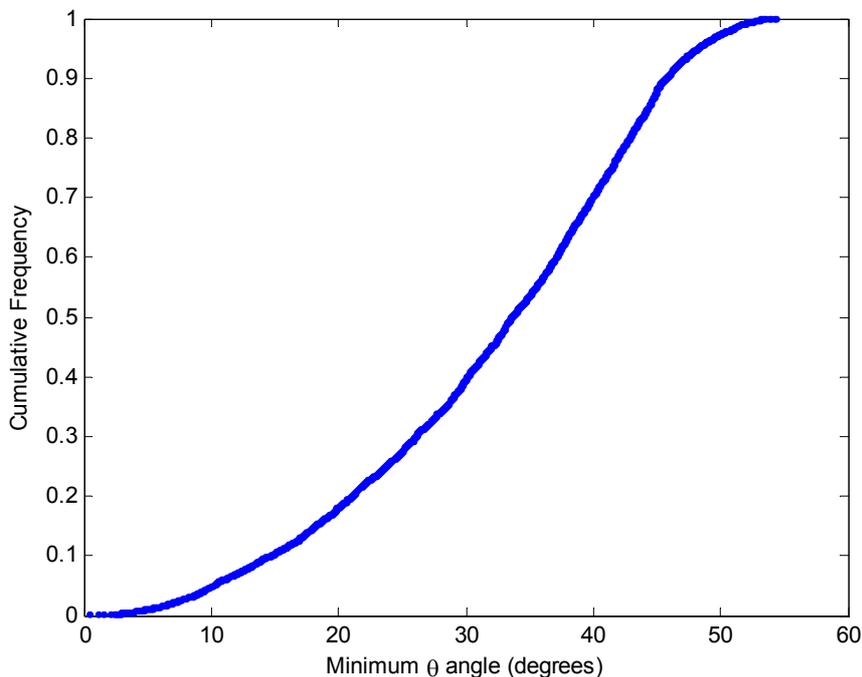


Figura 5. Distribución acumulada de las desorientaciones de los planos de clivaje (mejor orientados), para un material cúbico, policristalino y homogéneo (sin textura).

En la figura 6 también se ha representado el caso de una redistribución global de la carga entre los granos, situados en el frente de fatiga, aún no rotos. Supongamos que un 10% de los granos a lo largo del frente de fatiga ya se han roto, entonces la carga –que antes se transmitía a través de los granos que ahora están rotos– se redistribuye entre los restantes. En la más favorable de las hipótesis posibles, esto ocurre de una forma global, esto es: la carga se redistribuye uniformemente entre los granos intactos restantes [6]. En consecuencia soportarán un incremento de carga de un 10% y romperán muchos más granos (de acuerdo con la figura 6, un 25% de los granos se romperán). Apenas hay lugar para una propagación estable de la fractura por clivaje en condiciones de carga constante; mientras la curva correspondiente al reparto global de la carga (línea a trazos en la figura 6) se sitúa a la derecha de la distribución de resistencia al clivaje de los granos. Únicamente tras las primeras fracturas sería posible una detención de la grieta (*poppings*), véase el detalle de la figura 6 en la figura. 7. No existe algo así como una curva de resistencia al clivaje: una vez comenzada una fractura por clivaje no hay casi esperanza para su detención.

En ensayos realizados a muy baja temperatura es frecuente observar múltiples iniciaciones de la fractura por clivaje a partir del frente de la grieta de fatiga previa.

También lo es el no observar inclusiones o grandes precipitados asociados a los lugares de nucleación y obtener valores muy pequeños para la dispersión de los valores de tenacidad (en los aceros, $K_{IC} \approx 27.5 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$). Todo esto es congruente con la distribución de las orientaciones de los planos de clivaje obtenidos.

AGRADECIMIENTOS

Los autores desean agradecer la financiación recibida en el proyecto europeo CECA (ECSC) con contrato número: 7210-PD 312. Uno de los autores (RR) también quiere agradecer a FEUN (Fundación Empresa Universidad de Navarra) la beca recibida.

REFERENCIAS

- [1] A. Martín-Meizoso, I. Ocaña-Arizcorreta, J. Gil-Sevillano, M. Fuentes-Pérez, "Modelling Cleavage Fracture of Bainitic Steels", *Acta Metall. Mater*, 42, 2057-2068, (1994).
- [2] T. L. Anderson, "Fracture Mechanics. Fundamentals and Applications", 2ª edc., CRC Press, Boca Ratón, 1995.

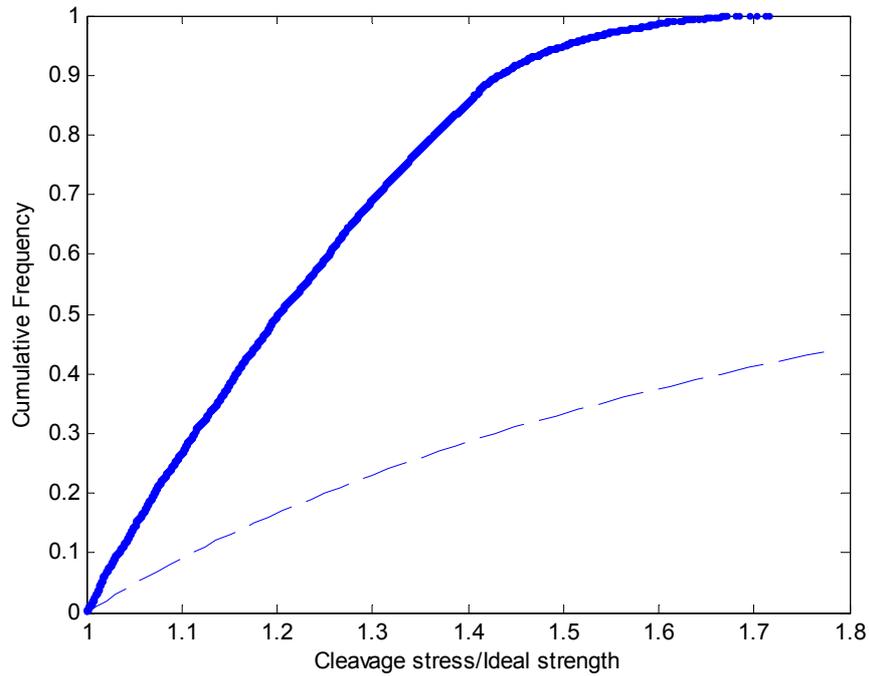


Figura 6. Distribución acumulada de la tensión requerida para clivar cada uno de los granos situados a lo largo del frente de la grieta. La línea de trazos representa un reparto global de la carga entre los granos intactos. La fractura por clivaje es, por tanto, intrínsecamente inestable y catastrófica, bajo condiciones de carga constante.

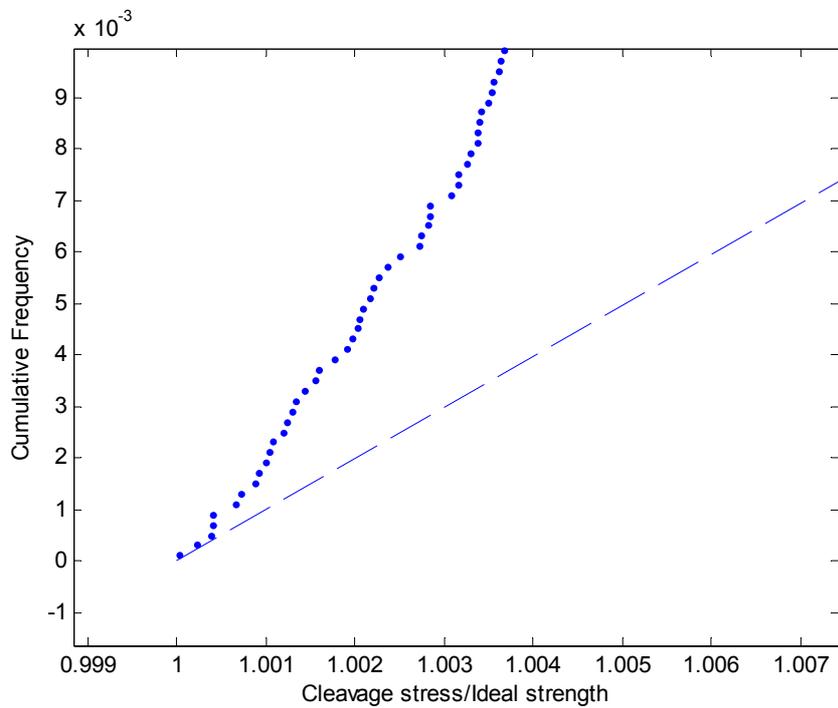


Figura 7. Detalle de la figura 6 mostrando la región de los granos más débiles (peor orientados) y la hipótesis de una redistribución global de la carga (en línea de trazos). Tras la rotura de los tres primeros cristales, la resistencia del resto de los cristales se sitúa claramente hacia la izquierda de la mejor de las hipótesis sobre la redistribución de la carga. En los metales con cristalografía cúbica, prácticamente no hay posibilidad de detener una fractura por clivaje.

RESISTENCIA Y TENACIDAD DE ALEACIONES DE ALUMINIO PRODUCIDAS MEDIANTE *NEW RHEOCASTING*

M. da Silva¹ y J.M. Rodríguez Ibabe¹

¹ CEIT y Tecnun (Universidad de Navarra)
Manuel de Lardizábal 15, 20018 San Sebastián
E-mail: mdsilva@ceit.es
Tfno: 943 21 28 00 Ext. 2278. Fax: 943 21 20 76

RESUMEN

Una de las ventajas que presenta el procesado en estado semi-sólido es una baja porosidad por rechupe. Esta característica lo hace especialmente adecuado para la fabricación de componentes con espesores variables y mayores exigencias mecánicas. En el presente trabajo se ha analizado un componente con secciones de espesores muy diversos (3 - 25 mm) producido mediante *New Rheocasting*. Se han estudiado la aleación A357-T6 y las aleaciones experimentales de *Alcan* 87S1-T6 y 25Z-T7. Se han caracterizado microestructuralmente y se han realizado ensayos de tracción y de tenacidad a la fractura.

Los resultados obtenidos para la aleación A357 muestran una elevada homogeneidad en σ_y y UTS, y una mayor dispersión en e_f . De la misma forma, se han obtenido valores de tenacidad K_{IC} similares a los obtenidos en rutas convencionales. Las aleaciones 87S1 y 25Z presentan una mayor densidad de defectos, lo que repercute en una mayor variabilidad de las propiedades de tracción. Sin embargo, los resultados de los ensayos de tenacidad son homogéneos y similares a los de la aleación A357 e incluso superiores en el caso de la aleación 25Z-T7.

ABSTRACT

One of the enhancements shown by semi-solid processing is the reduction of shrinkage porosity. This feature makes it especially suitable for the production of components with a high variation in thickness and elevated mechanical requirements. In the present work a component with sections with thicknesses from 3 to 25 mm, produced by *New Rheocasting* has been analyzed. In the production of the component, the alloys A357-T6 and the experimental *Alcan* alloys 87S1-T6 and 25Z-T7 were considered. Microstructural characterization and tensile and toughness tests have been performed.

The results obtained for alloy A357 show high homogeneity in σ_y and UTS, but e_f denotes a higher dispersion. The values of K_{IC} achieved are similar to those reported in the literature for conventional routes for this alloy. The alloys 87S1 and 25Z show a higher defect density and consequently a higher dispersion in the tensile properties. However, the results obtained with the toughness tests are homogeneous and similar to those achieved with the alloy A357 and even better in the case of alloy 25Z-T7.

ÁREAS TEMÁTICAS PROPUESTAS: Fractura de materiales metálicos y hormigón.

PALABRAS CLAVE: Aleaciones de aluminio, New Rheocasting, Tenacidad K_{IC} .

1. INTRODUCCIÓN

Tradicionalmente los procesos de conformado de los metales se han realizado en estado líquido (colada, inyección,...) o en estado sólido (forja, laminación,...) En los últimos años han surgido nuevas rutas de conformado que utilizan el material en estado semisólido, dentro de lo que se conoce como tecnologías de formas semiacabadas. Desde que *Fleming* señaló las propiedades tixotrópicas que presentan materiales con una estructura de solidificación globular [1, 2] esta tecnología ha ido adquiriendo mayor interés industrial.

El hecho de inyectar el material parcialmente solidificado condiciona de forma importante el proceso de enfriamiento del material, repercutiendo en su macro y microestructura [3-5]. Un efecto importante que se observa es que al inyectarse el 50 % del metal en estado sólido se reduce sensiblemente la contracción experimentada durante la solidificación, disminuyéndose de forma importante la distorsión y la porosidad por rechupe [5, 6]. Esta característica lo hace especialmente adecuado para la fabricación de componentes con espesores variables y mayores exigencias mecánicas.

Tabla 1. Composición de las aleaciones utilizadas en el presente trabajo.

	Si	Fe	Cu	Mn	Mg	Zn	Ti
A357	6,5-7,5	< 0,15	< 0,2	< 0,1	0,5-0,7	< 0,1	0,1-0,18
87S1	6,5-7,5	< 0,15	0,2-0,9	< 0,1	0,5-0,7		0,1-0,18
25Z	< 0,02	< 0,02	4,2-4,8	0,25-0,35	0,25-0,35	2,5-3,5	0,17-0,23

La principal ventaja del *New Rheocasting* respecto a sus predecesores es que se consigue la microestructura globular directamente a partir de la aleación fundida. El líquido se vierte sobre la pared fría del propio crisol inclinado y, controlando térmicamente la solidificación, se obtiene la microestructura globular requerida. La aleación se conforma directamente una vez extraída del crisol con una cantidad de líquido que varía entre el 40 y el 60 % [7, 8]

2. MÉTODO EXPERIMENTAL

El estudio se ha realizado sobre un componente industrial real, de geometría compleja y secciones muy diversas (mínimas de 3 mm y máximas de 25 mm). Se ha producido mediante *New Rheocasting* con tres aleaciones distintas, cuyas composiciones se muestran en la Tabla 1. Se ha seleccionado el tratamiento térmico más adecuado para cada una de las aleaciones.

Se han analizado metalográficamente probetas extraídas de la región potencialmente más conflictiva. Las probetas se han observado sin ningún tipo de ataque, pulidas mediante una ruta convencional.

Se han extraído 8 probetas de tracción de distintas zonas del componente y dos probetas del tipo CT para la realización de ensayos de tenacidad a la fractura. Se han mecanizado probetas de tracción de sección rectangular de 6 mm de anchura y un grosor función del espesor de la pared (máximo 5 mm). La longitud de la sección recta fue de 31 mm en todos los casos, aunque para el cálculo de la e_f se tuvo en cuenta una longitud $L_0 = 5,65 \sqrt{A_0}$, siendo A_0 el área de la sección transversal. Las probetas CT tenían unas dimensiones $W = 40$ mm y $B = 20$ mm.

Los ensayos de tracción se realizaron según la norma ASTM-E8 a una velocidad de cruceta de 1 mm/min. La tenacidad a la fractura se midió siguiendo la norma ASTM-E399. Las probetas fueron pre-agrietadas a fatiga con una frecuencia de unos 140 Hz y posteriormente ensayadas a una velocidad de desplazamiento del cabezal de 0,5 mm/min.

Las superficies de fractura de las probetas con e_f excepcionalmente bajas o altas fueron observadas en un microscopio electrónico de barrido.

3. RESULTADOS

3.1. Curvas de solidificación

Una característica fundamental para el correcto procesado de una aleación en estado semi-sólido es su curva de solidificación. En la Figura 1 se muestran la evolución de la fracción de líquido en función de la temperatura para cada una de las aleaciones analizadas en el presente estudio. Las curvas se han obtenido con el programa *Thermo-Calc* suponiendo la concentración intermedia para cada uno de los aleantes.

La aleación A357, presenta una curva de solidificación muy adecuada para el procesado en estado semi-sólido, ya que dispone de un *plateau* en el rango habitual de trabajo (40 – 60%). Este comportamiento es debido a la concentración de Si (6,5 – 7,5), lo que supone alrededor de un 50 % de eutéctico Al-Si.

La aleación 87S1 dispone de una curva de solidificación muy parecida a la de la A357, tal y como predice *Thermo-Calc* en la Figura 1, ya que sus composiciones únicamente difieren en una pequeña adición de 0,5 % de Cu.

En cambio la aleación 25Z presenta una curva de solidificación totalmente distinta. Esta es mucho más rígida en la zona usual de conformado, lo que conllevará mayores dificultades para su correcto procesado.

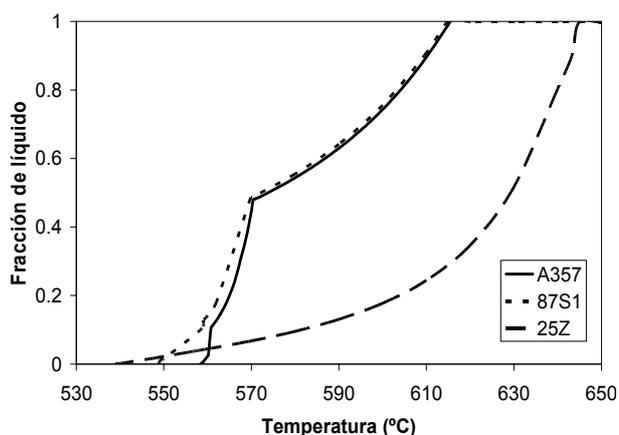


Figura 1. Curvas de solidificación de las 3 aleaciones seleccionadas.

3.2. Caracterización microestructural

Las tres aleaciones analizadas presentan una estructura globular, característica del procesado en estado semi-sólido, tal y como se observa en la Figura 2.

En la aleación A357 no se han observado defectos microestructurales de consideración. Únicamente alguna región con partículas de silicio primario (Figura 2.a), debido presumiblemente a una distribución heterogénea del aleante.

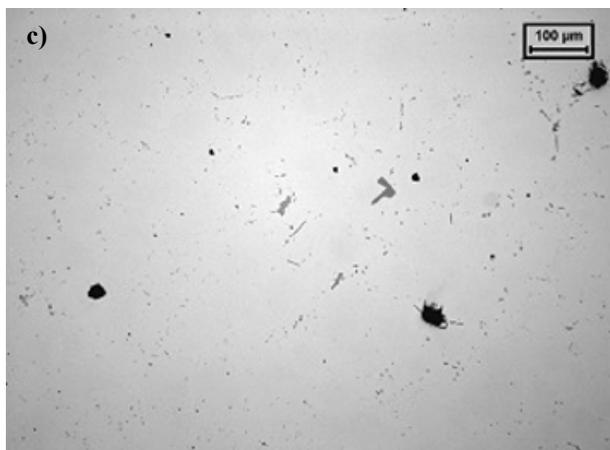
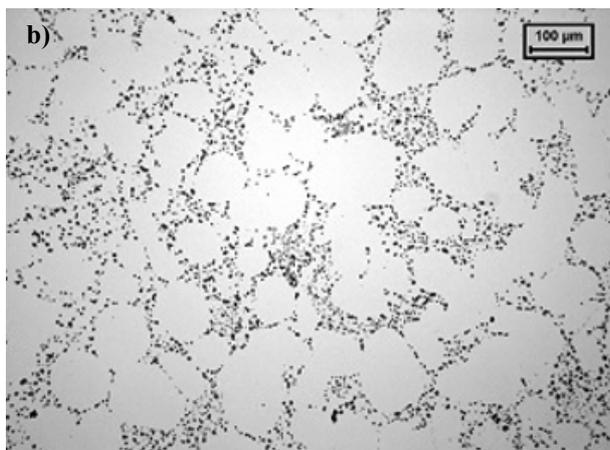
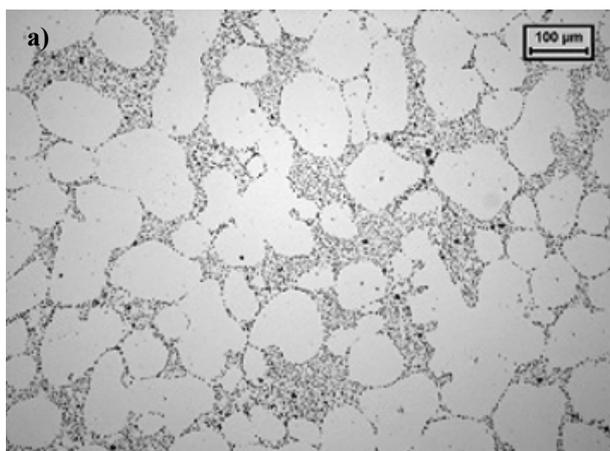


Figura 2. Microestructura de los componentes tratados térmicamente: a) A357-T6, b) 87S1-T6 y c) 25Z-T7

Los defectos en la aleación 87S1 son más frecuentes. Se han observado algunos poros aislados y una mayor proporción de partículas de silicio primario.

La aleación 25Z (Figura 2.c) muestra una elevada porosidad y la presencia de partículas intermetálicas de TiAl₃ de un tamaño considerable (≈50 μm).

3.3. Resistencia a la tracción

En la Tabla 2 se muestran el límite elástico (σ_y), resistencia a tracción (UTS) y elongación a fractura (e_f) de las 8 probetas ensayadas a tracción para cada componente. La aleación A357 muestra buenos resultados de σ_y y UTS, pero la e_f presenta una mayor variabilidad. La dispersión de resultados es más elevada en la aleación 87S1 y, sobretodo, en la aleación 25Z.

La aleación 87S1 muestra un ligero aumento en σ_y , pero también una acusada pérdida de e_f , debido a que 3 de las probetas ensayadas se han roto antes de llegar al σ_y .

Tabla 2. Resultados de los ensayos de tracción realizados.

		A357-T6	87S1-T6	25Z-T7
1A	σ_y (MPa)	296	317	271
	UTS (MPa)	343	374	345
	e_f (%)	13.9	8.3	9
1B	σ_y (MPa)	298	310	
	UTS (MPa)	320	335	299
	e_f (%)	1.6	1.3	1
1C	σ_y (MPa)	287	305	270
	UTS (MPa)	341	370	303
	e_f (%)	13.3	6.5	3.2
1D	σ_y (MPa)	298	308	367
	UTS (MPa)	354	344	413
	e_f (%)	12.1	1.4	3.5
2D	σ_y (MPa)	295		
	UTS (MPa)	351	290	103
	e_f (%)	8.3	0.9	0.4
3D	σ_y (MPa)	296	310	301
	UTS (MPa)	347	358	358
	e_f (%)	7	2.7	2.5
1E	σ_y (MPa)	296		
	UTS (MPa)	338	283	
	e_f (%)	3.2	0.4	
2E	σ_y (MPa)	285		
	UTS (MPa)	332	297	105
	e_f (%)	6.3	0.8	0.4
Media	σ_y (MPa)	294	310	302
	UTS (MPa)	341	331	275
	e_f (%)	8.2	2.8	2.9

La aleación 25Z presenta un σ_y máximo aún más elevado. Sin embargo la frecuencia con que aparecen zonas defectuosas implica que la mitad de las probetas hayan roto antes de llegar al σ_y y con e_f inferiores al 1%.

3.4. Tenacidad a la fractura

Los resultados de los ensayos de tenacidad se señalan en la Tabla 3. Se muestran valores válidos de K_{IC} , exceptuando algunos ensayos que no cumplen todos los requisitos impuestos por la norma, en los que se muestra el valor equivalente K_Q .

Tabla 3. Resultados del ensayo de tenacidad a la fractura (en $MPa\sqrt{m}$)

Probeta	A357-T6	87S1-T6	25Z-T7
A	24.6	26.1*	32.7*
B	25.2	21.5*	38.7*
Media	24.9	23.8	35.7

* Valor K_Q

4. DISCUSIÓN

4.1. Aleación A357.

El componente producido con la aleación A357 muestra una microestructura homogénea y adecuada. Las partículas de aluminio α disponen de un grado de esferoidicidad adecuado para el procesado en estado semi-sólido.

En conjunto los resultados obtenidos en los ensayos de tracción son semejantes a los logrados con componentes de geometrías menos exigentes [4]. Sin embargo dos de las probetas ensayadas mostraron unas pobres e_f , síntoma de una mayor densidad de defectos. No obstante, en el posterior estudio fractográfico no se pudo hallar ningún defecto al que atribuir la falta de ductilidad (Figura 3.a).

No se ha observado una relación entre el espesor de la sección y la falta de ductilidad de las probetas, sino que todo apunta a que se trata de defectos puntuales distribuidos aleatoriamente. De esta forma se constataría que el conformado en estado semi-sólido es adecuado para el procesado de componentes de espesor variable. Esta observación también es válida para las aleaciones 87S1 y 25Z, pese a la mayor densidad de defectos.

Los ensayos de tenacidad a la fractura han proporcionado valores válidos de K_{IC} para esta aleación, que se encuentran en concordancia con lo reportado por la bibliografía [9]. El análisis fractográfico revela una fractura preferentemente intergranular y con una porosidad muy reducida (Figura 3.b). El aspecto general

es muy parecido al observado en las probetas traccionadas.

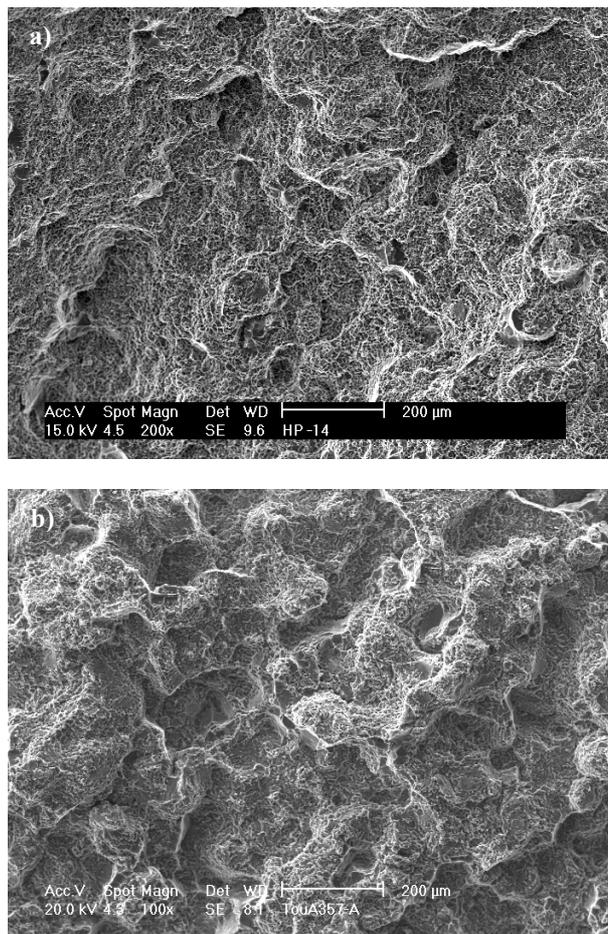


Figura 3. Superficie de fracturas de: a) la probeta de tracción A357-T6-1B y b) la probeta de tenacidad A357-T6-A

4.2. Aleación 87S1.

La única diferencia composicional que presenta la aleación 87S1 respecto a la A357 es una pequeña adición de Cu, entorno al 0,5 %. Pese a que, en consecuencia, debiera poseer un comportamiento parecido en estado semi-sólido (Figura 1), se han observado con mayor frecuencia la presencia de porosidad y otros defectos en la examen metalográfico (Figura 2.b).

Se constata que mediante esta adición se logra un ligero aumento del σ_y , en torno 20 MPa (Tabla 2), pero la mayor presencia de defectos produce una notable dispersión de los valores, obteniéndose en numerosos casos la fractura prematura de la probeta. La superficie de una de estas probetas se muestra en la Figura 4.a. Se observa una amplia región anómala, que sugiere la presencia de una unión fría o una fina de capa de óxido.

Algo parecido sucede con los ensayos de tenacidad a la fractura (Tabla 3). Una de las probetas ha mostrado un

comportamiento mejor que el logrado con la aleación A357; sin embargo, el valor de K_{IC} obtenido con la otra está muy por debajo de lo esperado.

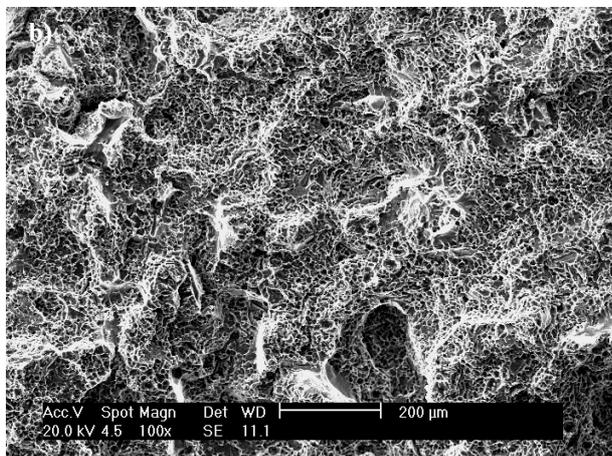
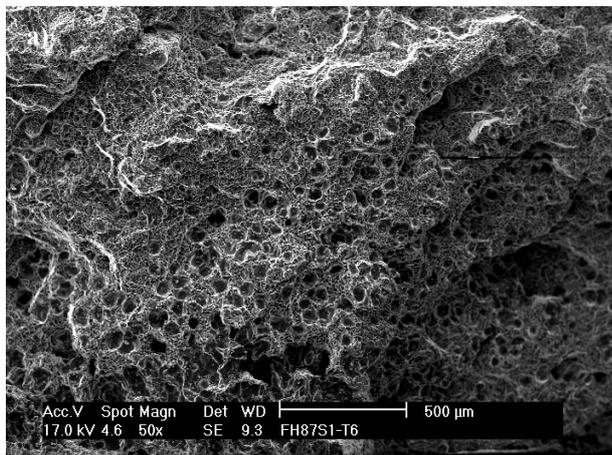


Figura 4. Superficie de fractura de: a) la probeta de tracción 87S1-T6-1E y b) la probeta de tenacidad 87S1-T6-A

La adición de Cu aumenta el endurecimiento de la matriz logrado durante el tratamiento térmico [10, 11]. Sin embargo, debido a la complejidad del componente y las diferencias composicionales, se ha observado en esta aleación una mayor proporción de defectos. La conjunción de las dos características ha supuesto una pérdida de propiedades mecánicas: la mejora producida por el endurecimiento de la matriz no ha conseguido paliar la pérdida de propiedades debido a la presencia de defectos.

4.3. Aleación 25Z.

Se trata de una aleación de alta resistencia, con elevados contenidos en Cu y Zn (Tabla 1). Esta aleación tiene una escasa estabilidad de la fracción sólida en la región de trabajo (Figura 1), lo cual dificulta su procesado en estado semi-sólido. Esto se pone de manifiesto en la porosidad y otros defectos hallados en la observación microestructural (Figura 2.c).

La presencia de defectos sería la responsable de los pobres resultados obtenidos en los ensayos de tracción (Tabla 2). El 50 % de las probetas han roto prematuramente antes de alcanzar el σ_y , con unas e_f muy bajas. Extensas áreas defectuosas se han observado en la superficie de fractura de algunas de ellas (Figura 5.a). El σ_y máximo obtenido de 367 MPa muestra el potencial de la aleación en ausencia de defectos.

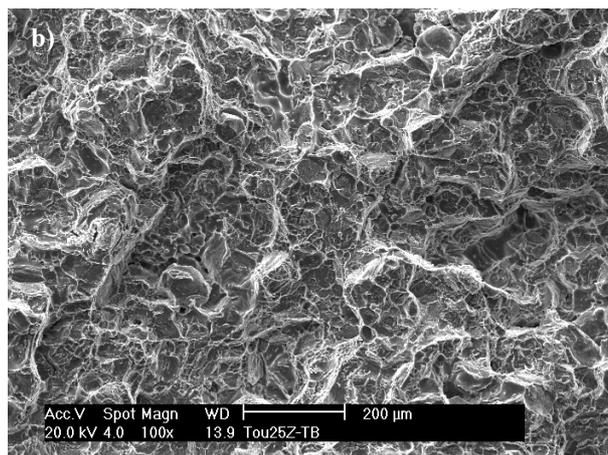
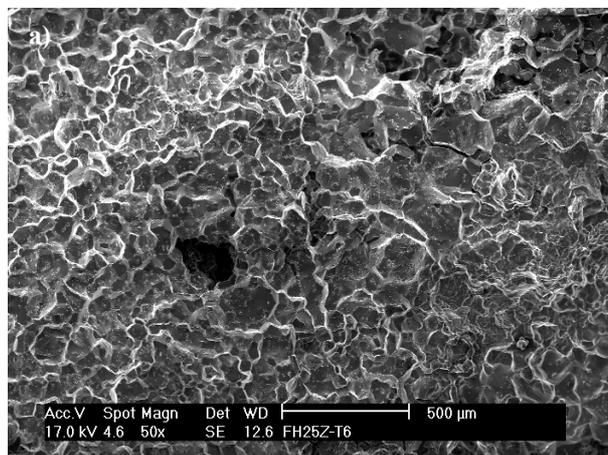


Figura 5. Imágenes de las superficies de fractura de: a) la probeta de tracción 25Z-T6-1E y b) la probeta de tenacidad 25Z-T6-B.

Los valores de tenacidad a la fractura son, pese a la presencia de defectos, muy superiores a los exhibidos por las otras aleaciones. En las aleaciones de aluminio la propagación de la grieta se produce preferencialmente a través de las partículas intermetálicas [4, 12]. Tras el tratamiento térmico, en esta aleación, los intermetálicos se reducen a la presencia de algunas partículas aisladas, mientras que en las aleaciones de Al-Si el eutéctico muestra un camino continuo por el que la grieta puede propagarse fácilmente (Figura 2).

5. CONCLUSIONES

Las conclusiones más remarcables que pueden extraerse del presente trabajo son:

- El *New Rheocasting* es un proceso adecuado para obtener piezas con secciones dispares y geometrías complejas, libres de defectos remarcables y que presenten unas aceptables propiedades mecánicas.
- La adición de 0,5 % de Cu que presenta la aleación 87S1, proporciona una mayor dureza, pero también presenta mayores problemas de conformado que repercuten en una mayor presencia de defectos, suponiendo, en conjunto, un peor comportamiento mecánico.
- La aleación de alta resistencia 25Z presenta grandes problemas para su procesado en estado semi-sólido que resultan en la aparición de numerosos defectos y su consiguiente pérdida de ductilidad.
- La menor presencia de fases intermetálicas de la aleación 25Z le proporciona unos valores notablemente superiores de K_{IC} .

AGRADECIMIENTOS

Este trabajo se ha realizado dentro del marco de un proyecto europeo Growth (GRD1-2001-40422) en el que intervienen CRF, EADS, BOSCH, STAMPAL, ARC, PECHINEY, CEIT e IMT. Los autores también agradecen la financiación parcial obtenida mediante el programa MAT 2001-5306-E del Ministerio de Ciencia y Tecnología.

REFERENCIAS

- [1] Spencer, D. B., Flemings, M. C. y Mehrabia.R, "Rheological Behavior of Sn-15 Pct Pb in Crystallization Range", *Metallurgical Transactions*, vol. 3, No. 7, (1972), pp. 1925-1932.
- [2] Flemings, M. C., "Semi-solid forming: the process and the path forward", *Metallurgical Science and Technology*, vol. 18, No. 2, (2000), pp. 3-4.
- [3] Lasa, L. y Rodriguez-Ibabe, J. M., "Characterization of the dissolution of the Al₂Cu phase in two Al-Si-Cu-Mg casting alloys using calorimetry", *Materials Characterization*, vol. 48, No. 5, (2002), pp. 371-378.
- [4] da Silva, M. y Rodriguez-Ibabe, J. M., *Estudio del crecimiento de grieta a fatiga en la aleación de aluminio A357 producida mediante New Rheocasting*, *Anales de Mecánica de la Fractura*, Almagro, 2005, pp. 167-172
- [5] Kang, C. G. y Seo, P. K., "The effect of gate shape on the filling limitation in the semi-solid forging process and the mechanical properties of the products", *Journal of Materials Processing Technology*, vol. 135, No. 2-3, (2003), pp. 144-157.
- [6] Sereni, S. y Fragner, W., *Rheo-Light european project story: Rheocasting process for high performance components*, *Light Metals Technology Conference 2005*, St. Wolfgang (Austria), 2005, pp. 187-193
- [7] Giordano, P. y Chiarmeta, G. L., *Thixo and Rheo Casting: Comparison on A High Production Volume Component*, *Proceedings of 7th International Conference on Semi-Solid Processing of Alloys and Composites*, Tusukawa (Japan), 2002, pp. 665-670
- [8] Potzinger, R., Kaufmann, H., Fragner, W. y Uggowitzer, P. J., *Creep Resistance of New Rheocasting Manufactured Magnesium Alloys*, *7th International Conference on Semi-Solid Processing of Alloys and Composites*, Kusukawa (Japan), 2002, pp. 641-646
- [9] Tan, Y.-H., Lee, S.-L. y Lin, Y.-L., "Effects of Be and Fe content on plane strain fracture toughness in A357 alloys", *Metallurgical and Materials Transactions A: Physical Metallurgy and Materials Science*, vol. 26A, No. 11, (1995), pp. 2937-2945.
- [10] *ASM Specialty Handbook: Aluminum and Aluminum Alloys*. ASM International, (1993)
- [11] Mondolfo, L. F. *Aluminum Alloys. Structure & Properties*. Butterworth & Co, (1976)
- [12] Lasa, L. y Rodriguez-Ibabe, J. M., "Toughness and fatigue behaviour of eutectic and hypereutectic Al-Si-Cu-Mg alloys produced through lost foam and squeeze casting", *Materials Science and Technology*, vol. 20, No. 12, (2004), pp. 1599-1607.

MEJORA EN LAS PROPIEDADES MECÁNICAS DEL ALUMINIO AM PULVIMETALÚRGICO

J. J. Fuentes*, J. A. Rodríguez y E. J. Herrera

Grupo de Metalurgia e Ingeniería de los Materiales, Escuela Técnica Superior de Ingenieros,
Universidad de Sevilla, Camino de los Descubrimientos s/n, 41092 Sevilla, España
E-mail: jarortiz@us.es

* Dirección actual: UNET, Avda. Universidad s/n, Apdo. de Correos 436, San Cristóbal, Venezuela

RESUMEN

El polvo de aluminio aleado mecánicamente (Al AM) es difícil de consolidar, debido a su elevada dureza y baja sinterabilidad. En el presente trabajo, la consolidación se ha realizado por un procedimiento inusual de prensado en frío y sinterización. Para mejorar la sinterabilidad del polvo Al AM, se mezcló, previamente al prensado, con una pequeña cantidad de polvo de silicio. Eventualmente, el polvo Al AM usado en la mezcla se había ablandado, con anterioridad, por recocido, para disminuir su dureza. Se ha podido observar que, tanto la adición de silicio como el recocido, mejoran las propiedades mecánicas del Al AM sinterizado, en particular la ductilidad.

ABSTRACT

Mechanically alloyed aluminium (Al AM) powder is difficult to consolidate, due to its high hardness and low sinterability. In the present work, consolidation was carried out by an unusual method of cold pressing and sintering. The Al AM powder, eventually in the annealed condition, was mixed, previously to pressing, with a small amount of silicon powder as sintering additive. The aim of the annealing treatment was to decrease the powder hardness. It has been observed that both the addition of silicon powder and the annealing treatment improve the mechanical properties of the consolidated Al AM material, especially ductility.

ÁREAS TEMÁTICAS PROPUESTAS: Fractura de Materiales Metálicos y Hormigón o Fractura de Materiales Compuestos.

PALABRAS CLAVE: Aluminio AM, Sinterización, Fractura.

1. INTRODUCCIÓN

El polvo de aluminio elemental sometido a molienda mecánica de alta energía, en presencia de un agente controlador de proceso (ACP) se transforma en partículas de materiales compuestos (composites) de matriz aluminio reforzadas por finos dispersoides cerámicos. Durante la molienda, las partículas de Al experimentan fenómenos repetitivos de deformación plástica, soldadura en frío y fractura, a través de la acción de impactos aleatorios de bolas de acero [1]. El ACP adicionado, en general un compuesto orgánico, establece un equilibrio dinámico entre las tendencias a la soldadura y fractura de las partículas de polvo. Tras la molienda, el polvo resultante, denominado aluminio aleado mecánicamente, Al AM, está constituido por partículas ceramo-metálicas, de tamaño de grano metalográfico nanocrystalino [2], siendo los dispersoides cerámicos submicroscópicos Al_2O_3 y Al_4C_3 . Esto se traduce en partículas de polvo de alta dureza [3] y, por tanto, de reducida compresibilidad. Por otro lado, el Al AM, como cualquier otro polvo de aluminio, se oxida espontáneamente cuando se expone a la atmósfera. Las películas de óxido superficiales formadas son termodinámicamente estables respecto de la temperatura y atmósfera de sinterización, dificultando

la formación de uniones metálicas aluminio-aluminio a temperatura. Por ello, el Al AM se ha considerado un polvo muy difícil de sinterizar. Tradicionalmente, los productos pulvimetalúrgicos (P/M) de Al AM se han fabricado mediante procedimientos de consolidación largos, complejos y costosos, que suelen incluir operaciones de alta deformación plástica en caliente, como, por ejemplo, extrusión, lo cual permite disgregar mecánicamente los óxidos [4]. Esto habilita mecánicamente la unión metálica entre las partículas, obteniéndose piezas densas y resistentes.

En nuestro Grupo de Investigación se desarrolló un método de procesado alternativo, que elimina la necesidad de la conformación en caliente, consistente en un ciclo doble de prensado mecánico en frío y sinterización [5]. Siguiendo esta línea de investigación, los autores han modificado aun más el esquema de consolidación anterior por uno más simple, de mayor interés industrial, consistente en un sólo ciclo de prensado y sinterización.

En el presente trabajo, la consolidación del polvo Al AM se ha tratado de facilitar mediante una doble estratagema. Por una parte, la adición al polvo molido de un pequeño porcentaje de polvo de silicio, como

agente formador de fases líquidas en la sinterización, y, por otra, el ablandamiento del polvo molido por recocido, para mejorar su compresibilidad, con el fin de obtener un mejor contacto metal-metal en el prensado.

2. MÉTODO EXPERIMENTAL

El material de partida es polvo de aluminio comercial (99.5% Al, mínimo), siendo el hierro su impureza principal (0.15% Fe). El tamaño medio de partícula es de 44 µm, siendo su microdureza de 22 HV₂₀. El polvo Al fue sometido a molienda mecánica de alta energía en un *attritor* Szegvari durante 10 h, en presencia de 1.5% EBS (etilen-bis-estearamida), como ACP. Las condiciones de molienda se describen en un trabajo anterior [3]. Las partículas de Al AM presentan una forma más redondeada, casi equiaxial, respecto de la configuración irregular y alargada del Al. La granulometría es más basta, ya que el tamaño medio de partícula pasa desde 44 a 62 µm, y la microdureza del Al AM, igual a 101 HV₂₀, es de un orden 5 veces superior a la del Al (22 HV₂₀).

El polvo molido, Al AM, se mezcló con 0.6% de polvo de silicio, de tamaño menor de 45 µm y diámetro medio de partícula de aproximadamente 5 µm. El aditivo de sinterización (0.6% Si) se añadió previamente al prensado.

El polvo Al AM, y el resultante de la mezcla con Si, designado Al AMSi, se consolidaron por prensado en frío y sinterización. Se emplearon presiones de compactación comprendidas entre 700 y 1120 MPa. En algunas experiencias el polvo Al AM fue recocido en vacío (5Pa) a 600° C durante 2h, con anterioridad a la mezcla con el polvo de Si. La sinterización se llevó a cabo, en todos los casos, en vacío (5 Pa) a 650° C durante 1 hora, siendo seguida de enfriamiento al aire.

Para la medida de propiedades, se fabricaron dos tipos de compactos o probetas, a saber, cilíndricos y de tracción plana. Detalles dimensionales de las probetas se indican en un trabajo anterior [6]. La probeta de tracción es una modificación equivalente de la recomendada en la correspondiente norma MPIF [7]. Las probetas cilíndricas se utilizaron para medir la dureza Brinell y la densidad de los compactos. Por su parte, las probetas de tracción plana sirvieron para determinar las propiedades mecánicas a tracción, principalmente, resistencia a la tracción y porcentaje de alargamiento. El estudio microfractográfico, sobre probetas rotas a tracción, se llevó a cabo por microscopía electrónica de barrido en el modo de electrones secundarios, SEM-SE. Para el examen metalográfico, las muestras pulidas se atacaron con el reactivo de Keller.

3. RESULTADOS Y DISCUSIÓN

3.1. Propiedades a temperatura ambiente

Los valores de densidad relativa (D), dureza Brinell (HB), resistencia a la tracción (R) y alargamiento (A) de los diferentes materiales consolidados se muestran en la tabla 1. En la designación de los distintos materiales se indica la presión de compactación utilizada, expresada en MPa, así como la adición, en su caso, de polvo de silicio (Si) y, eventualmente, el tratamiento de recocido del polvo molido (R).

Material	D %	HB kp/mm ²	R MPa	A %
Al AM/1120	96.3	77	228	2.6
Al AM/850	93.6	62	195	1.6
Al AMSi/1120	97.5	79	236	10.1
Al AMSi/850	97.2	75	254	7.4
Al AMSi/700	96.7	71	229	4.4
Al AM(R)Si/600	96.4	76	242	11.8

Tabla 1. Propiedades de los compactos consolidados.

Puede observarse en la tabla 1, de arriba abajo, tres grupos de materiales, a saber, el aluminio AM simple, el aluminio AM con aditivo de sinterización y el aluminio AM recocido con aditivo de sinterización. Como era de esperar, el empleo de presiones más altas produce un mayor grado de densificación. Mayores presiones originan un mayor nivel de deformación plástica en las partículas de polvo, con el consiguiente mayor grado de soldadura en frío en aquellas áreas donde se ha producido contacto metal-metal por rotura de la película de óxido de las partículas. A su vez, la adición de silicio mejora sustancialmente la densidad, debido a la formación de fases líquidas durante la temperatura de sinterización. El diagrama de equilibrio Al-Si (Figura 1) señala que la solubilidad máxima del Si en el aluminio sólido es 1.6% a la temperatura eutéctica de 577°C, disminuyendo progresivamente hasta alcanzar el punto de fusión, que es 660.45°C. A la temperatura de sinterización (650°C) la solubilidad del silicio en el aluminio es de 0.2% Si. Los átomos de Si se difunden en la matriz de aluminio mucho más fácilmente que al revés, por lo que las zonas de aluminio que rodean las partículas de silicio, una vez enriquecidas en Si por difusión, se licúan, al alcanzar la supersaturación, en el rango de temperaturas entre 577 y 650°C (temperatura de sinterización). La fase líquida formada puede producir fenómenos [8] tales como (i) el reordenamiento de las partículas hacia un mayor grado de empaquetamiento, (ii) el llenado de poros y espacios entre partículas, (iii) la ruptura de las capas de óxido superficiales, y (iv) la unión entre las partículas al actuar el líquido como cementante, una vez solidificado. De esta manera puede explicarse que el Al AM/850, prensado a 850 MPa, tenga una densidad relativa de 93.6%, mientras que el mismo material, adicionado de silicio, Al AMSi/850, alcance 97.2%. Igualmente, la resistencia a la tracción y el alargamiento de este material (R = 254 MPa, A = 7.4%) son claramente superiores a los del material anteriormente mencionado, Al AM/850 (R = 195 MPa, A = 1.6%).

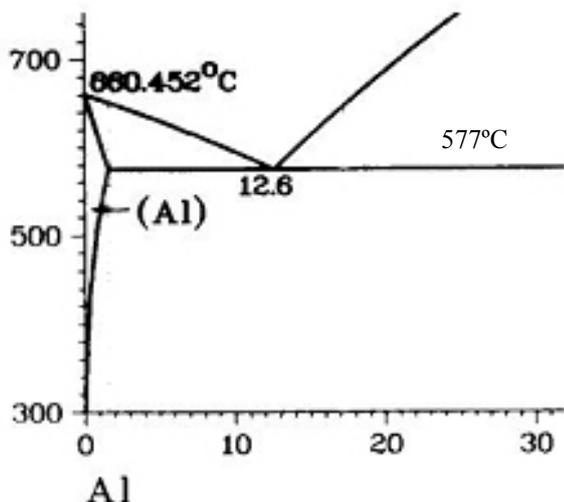


Figura 1. Porción del diagrama de equilibrio Al-Si.

Desde el punto de vista de su aplicación industrial, una presión en frío de 850 MPa puede considerarse como medianamente alta. Por ello, se ha tratado de rebajar este nivel de presión, hasta 600 MPa, mediante ablandamiento del polvo Al AM por recocido, para mejorar su compresibilidad. Así, por ejemplo, mientras la densidad relativa en estado verde del polvo Al AM, prensado a 600 MPa (Al AM/600), es de 88.5%, compactos similares obtenidos con el recocido previo del polvo molido (Al AM(R)/600) alcanzan una densidad en verde de 96.0%. Puede observarse en la Tabla 1 que, utilizando polvo molido recocido con adición de silicio, y compactando a 600 MPa, se consigue un material consolidado final, Al AM(R)Si/600, que tiene una resistencia a la tracción (242 MPa) cercana a la del material sin recocido, prensado a 850 MPa (Al AMSi/850), que es de 254 MPa, y le supera ampliamente en ductilidad ($A = 11.8\%$ frente a 7.4%).

En resumen, tanto la adición de 0.6% de silicio (aditivo de sinterización), como el recocido del polvo molido, facilitan la consolidación por prensado en frío y sinterización del polvo Al AM, mejorando sus propiedades mecánicas.

3.2. Comportamiento mecánico a alta temperatura

Se ha estudiado la estabilidad térmica y el comportamiento a tracción en caliente del material Al AM(R)Si/600, que mostró el mejor conjunto de propiedades a temperatura ambiente (Tabla 1).

La estabilidad térmica se evaluó midiendo la dureza de las muestras a 25°C , antes y después de sometimiento a un tratamiento térmico a 400°C durante 100 h. Los resultados del ensayo muestran que este material posee una gran estabilidad térmica, ya que la pérdida de dureza como consecuencia del calentamiento, es solamente del 4% (73 vs. 76 HB). Esta estabilidad térmica es bien diferente de la presentada por las aleaciones de aluminio convencionales, endurecidas por

precipitación, las cuales sufren disminuciones drásticas de dureza tras un calentamiento de ese tipo.

La alta estabilidad térmica de las muestras de Al AM(R)Si/600 debe atribuirse al historial térmico de este material, que ha sido previamente tratado a 600°C durante dos horas (recocido) y, posteriormente a 650°C durante 1 h (sinterización). A esto hay que añadir, y de forma muy especial, que la finísima dispersión de partículas submicroscópicas de Al_2O_3 y Al_4C_3 sirven de anclaje a los límites de grano, oponiéndose a su crecimiento, con lo que el nivel de dureza se retiene.

El ensayo a tracción del Al AM(R)Si/600, a 250°C , se realizó a velocidad constante de carga de 98 N/s. La resistencia a la tracción a esa temperatura (145 MPa) se reduce un 40%, con respecto a la de la temperatura ambiente (Tabla 1). Sin embargo, aun conserva un valor que es más del doble del que se obtiene con probetas de aluminio elemental pulvimetalúrgico ensayadas a 25°C (67 MPa) [9]. Por su parte, la ductilidad a 250°C mejora notablemente, ya que el alargamiento es del 18.8%, lo que supone prácticamente un valor 1.6 veces superior al conseguido a temperatura ambiente, que es de 11.8% (Tabla 1). Así pues, el material Al AMSi(R)/600 no presenta el fenómeno habitual en aleaciones avanzadas de aluminio del “mínimo de ductilidad a temperaturas intermedias” por el que el alargamiento no supera el 1% a temperaturas de servicio entre 100 y 250°C [10]. La alta ductilidad del material aquí desarrollado cabe atribuirle, en gran medida, a la presencia en la estructura, como se describe en el apartado siguiente, de parches de fases líquidas solidificadas, de baja dureza, que se forman durante la sinterización.

3.3 Aspectos microestructurales y fractográficos

La Figura 2 muestra las microestructuras del material Al AMSi/1120, (a) en estado verde, es decir, tras el prensado, y (b) tras la sinterización. Pueden observarse, en la figura 2a, algunos poros, partículas del aditivo de silicio (color gris oscuro) y, en particular, partículas metálicas que conservan su identidad original, ya que solamente en algunas zonas se ha producido la unión metal-metal. Por ello, la adhesión entre las partículas metálicas debe haber sido débil.

El material una vez sinterizado, figura 2b, evoluciona estructuralmente en el sentido de que las partículas metálicas pierden su individualidad, no observándose límites o fronteras entre ellas; y las partículas de silicio originales se han convertido en parches extendidos de color gris claro. Como puede predecirse de la contemplación del diagrama Al-Si (Figura 1), se han formado, en la etapa de sinterización, fases líquidas que solidifican durante el enfriamiento. Durante el tratamiento de sinterización tiene lugar en las áreas de contacto Al AM/Si interdifusión atómica, de forma que las zonas vecinas de Al AM se enriquecen en silicio.

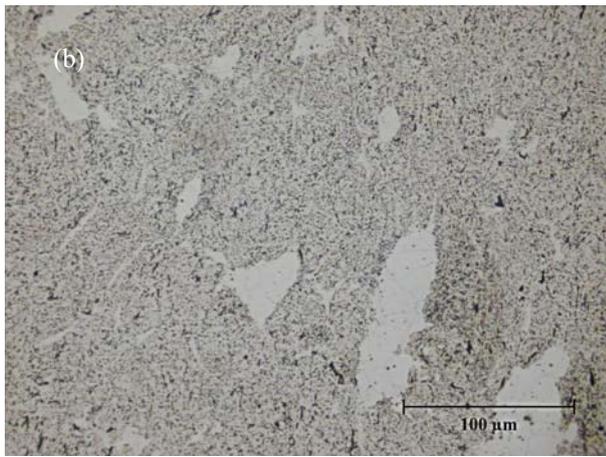
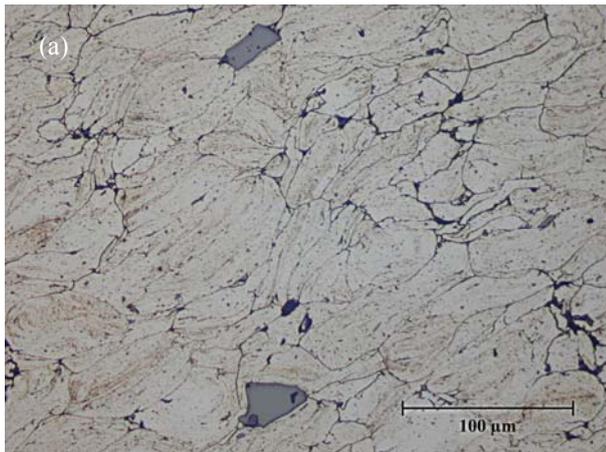


Figura 2. Microestructura óptica del Al AMSi/1120: (a) En estado verde; (b) Sinterizado.

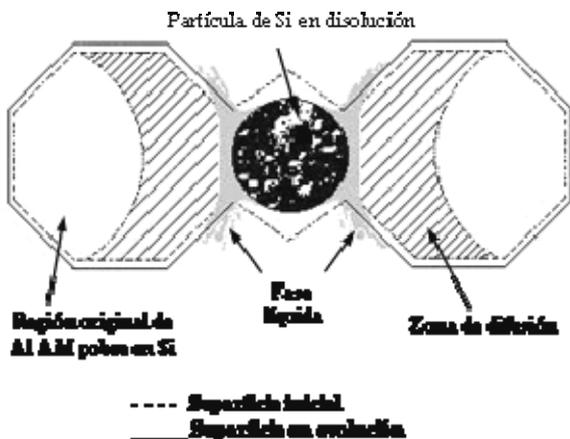


Figura 3. Representación del proceso de disolución del Si en el Al AM y formación de la fase líquida.

Esto está de acuerdo con los estudios de McCaldin y otros [11,12] sobre interdifusión en el sistema Al-Si, quienes encontraron que el aluminio es la especie móvil menos dominante. Asimismo, Fujikama et al [13] investigando los coeficientes de difusión en pares Al/Si observaron que el marcador Kirkendall se desplazaba hacia las regiones ricas en silicio, lo que indica que los átomos de silicio se difunden más rápidamente que los átomos de aluminio. La figura 3 representa

esquemáticamente el proceso de disolución de una partícula de silicio en la matriz de Al AM, con formación de fase líquida.

La sinterización, con formación de fases líquidas, da lugar a una mejor densificación y cohesión del material, lo que se traduce en una mejora de las propiedades mecánicas. La ductilidad, especialmente, se ve favorecida por la estructura bimodal de partículas duras, esencialmente de Al AM (55 HV_{0.02}), y de partículas blandas (22 HV_{0.02}), fundamentalmente de Al simple solidificado.

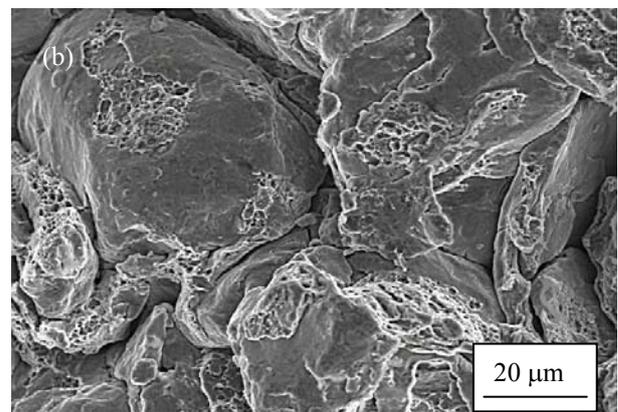
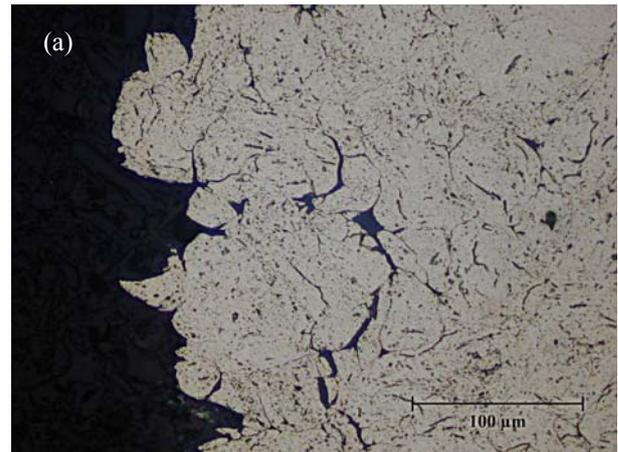


Figura 4. Fractografía del material Al AM/1120 roto a tracción: (a) Perfil; (b) Imagen SEM.

El examen fractográfico de las probetas de Al AM/1120 consolidadas, rotas a tracción, revela que la fractura tiene lugar por descohesión entre las partículas (figura 4a). Esta micrografía, que muestra un plano que corta perpendicularmente a la superficie de fractura (perfil de fractura), indica que la rotura es de tipo frágil e interparticular, aunque son visibles algunos signos de ductilidad esporádicos. En cualquier caso, se observa que las partículas han conservado, en cierta medida, su individualidad. Aparecen, igualmente, algunas grietas secundarias paralelas al plano de fractura, debidas a la descohesión o separación de las partículas, inducidas por el bajo grado de adhesión entre las mismas. Asimismo, la microfractografía SEM (figura 4b), pone de manifiesto la poca sinterabilidad mostrada por las

partículas, ya que conservan gran parte de su morfología original, observándose únicamente, de forma localizada, algunos signos de ductilidad (*dimples*).

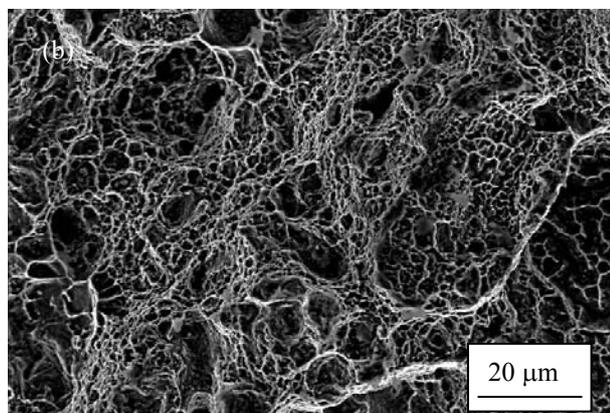
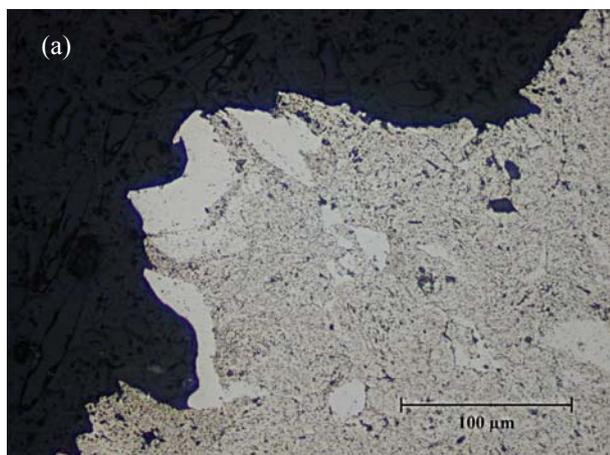


Figura 5. Fractografía del material Al AMSi/1120 roto a tracción: (a) Perfil; (b) Imagen SEM.

Por otra parte, el material Al AMSi/1120, roto a tracción, exhibe una fractura dúctil y “transparticular”, como puede comprobarse de la observación de la figura 5a (Perfil de fractura) y figura 5b (Microfractografía SEM). Las partículas metálicas han perdido su individualidad, como consecuencia de la sinterización en presencia de fases líquidas. Las propiedades a tracción mejoran, respecto al material sin aditivo de Si, y, así, por ejemplo, el alargamiento pasa de 2.6 a 10.1% (Tabla 1). La buena ductilidad se comprueba también microfractográficamente con la observación de numerosos y finos hoyuelos (*dimples*) por SEM, figura 5b.

Un detalle interesante observado en el examen SEM se muestra en la figura 6. En esta figura se observa un gran poro redondeado, recubierto de la fase líquida solidificada, en cuyas paredes aparece una estructura granular.

A modo de resumen final, puede decirse que la adición de una pequeña cantidad de polvo de silicio (0.6% Si) al polvo de Al AM mejora su sinterabilidad. Si se usa

polvo de Al AM recocido, se mejora, además, la compresibilidad de los polvos. Estos resultados son, en gran medida, concordantes con los obtenidos con el empleo de 1% Cu como aditivo de sinterización [14].

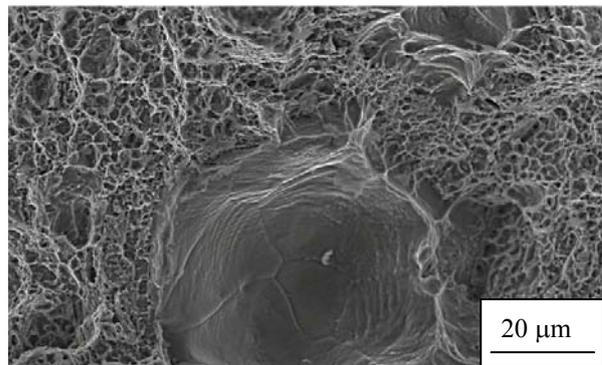


Figura 6. Capa líquida solidificada en un poro (Material Al AMSi/1120). Imagen SEM.

4. CONCLUSIONES

La adición de 0.6% de polvo fino de silicio al polvo de Al AM, previamente a la consolidación, mejora su sinterabilidad, mediante la formación de fases líquidas durante la sinterización. Por otra parte, el ablandamiento del polvo Al AM, por recocido previo a la mezcla con el aditivo de silicio, facilita el procesamiento de consolidación, al permitir el uso de presiones de compactación más bajas.

El empleo del aditivo de silicio, en particular con el polvo Al AM recocido, se traduce en una notable mejora en las propiedades mecánicas de las piezas consolidadas, especialmente en la ductilidad. La fractura de las probetas de Al AM, sin adición de silicio, es de tipo interparticular, teniendo lugar por un mecanismo de descohesión de las partículas; sin embargo, con el empleo del aditivo de sinterización, dicha fractura es típicamente dúctil y transgranular.

Por otra parte, estas muestras tienen una alta estabilidad térmica y no presentan reducción de ductilidad, como otras aleaciones avanzadas de aluminio, cuando se ensayan a tracción a 250°C.

AGRADECIMIENTOS

Los autores agradecen la financiación recibida de FEDER/MCYT, Madrid, a través del proyecto de investigación DPI2002-00726.

REFERENCIAS

- [1] Benjamin, J.S. and Bomford, M.J., “Mechanically alloyed aluminium-aluminium oxide”, US Patent N° 3,740,210, June 19, 1973.
- [2] J.L. Herrero, J.A. Rodríguez and E.J. Herrera, “Crystallite size and microstrains in degassed

-
- mechanically alloyed aluminium powder”, 1998 Powder Metallurgy World Congress, Vol. 1, EPMA, Shrewsbury, UK, 384-389 (1998).
- [3] Rodríguez, J.A., Gallardo, J.M. and Herrera, E.J., “Structure and properties of attrition-milled aluminium powder”, *J. Mat. Sci.*, 32, 3535-3539 (1997).
- [4] Weber, J.H. and Schelleng, R.D., “Mechanical alloying of dispersion strengthened aluminum: A retrospective review”, in *Dispersion Strengthened Aluminum Alloys*, edited by Y.-W. Kim and W. M. Griffith, The Minerals, Metals & Materials Society, 467-482 (1988).
- [5] Rodríguez, J.A., Gallardo, J.M., and Herrera, E.J., “Consolidation of mechanically alloyed aluminium by double cold pressing and sintering”, *J. Mat. Proc. Tech.*, 56, 254-262 (1996).
- [6] Cintas J., Cuevas F.G., Rodríguez, J. A., Herrera, E.J., “Naturaleza de las bolas de molienda y ductilidad de compactos de Al AM”, *Anales de Mecánica de la Fractura*, 20, 279-284 (2003).
- [7] “Tension test specimen for pressed and sintered metal powders”, MPIF Standard 10, Metal Powder Industries Federation (1999).
- [8] German R.M., “Liquid Phase Sintering”, Plenum Press, NY, 1985.
- [9] Cintas, J., Cuevas, F.G., Montes, J.M. and Herrera E.J., “High-strength PM aluminium by milling in ammonia gas and sintering”, *Scripta Materialia*, 53, 1165-1170 (2005).
- [10] Lee, D.Y. and Zupon, D.E., “High temperature performance of dispersion strengthened P/M aluminium alloys”, *Dispersion Strengthened Aluminum Alloys*, Ed. by Y.-W. Kim and W.M. Griffith, The Minerals, Metals & Materials Society, pag. 265-281, Warrendale, PA, USA, 1988.
- [11] Sankur, H. and McCaldin, J. O., “Interface effects in the dissolution of silicon into thin gold films”, *J. Electr. Soc.*, 122 (4), 565-569 (1975).
- [12] Best, J.S. and McCaldin J.O., *J. Appl. Phys.*, “Interfacial impurities and the reaction between Si and evaporated Al”, 46, 4071 (1975).
- [13] Fujikawa, S., Hirano, K. Fukushima, Y., “Diffusion of silicon in aluminum”, *Met. Trans. A*, 9A, 1811-1815 (1978).
- [14] Fuentes, J.J., Rodríguez, J.A. y Herrera, E.J., “Comportamiento mecánico de materiales de aluminio AM sinterizado”, *Anales de Mecánica de la Fractura*, 22, 283-287 (2005).

DETERMINACIÓN DE LA EVOLUCIÓN DE LA GRIETA EN FRETTING FATIGA CON CONTACTO ESFÉRICO

C. Navarro, S. Muñoz, J. Domínguez

Dpto. Ingeniería Mecánica y de los Materiales. Universidad de Sevilla,
Avenida de los Descubrimientos s/n, 41092 Sevilla, España.

E-mail: cnp@us.es

Tfno: 954487311. Fax: 954460475

RESUMEN

El objetivo del presente artículo es analizar el comportamiento de varios procedimientos para predecir el crecimiento de una grieta en función del número de ciclos en ensayos de fretting fatiga con contacto esférico. Para ello se emplea un modelo de predicción de vida propuesto por los autores que combina las fases de iniciación y de propagación. En la fase de propagación se tienen en cuenta varias leyes de crecimiento distintas. La más sencilla es la ley de Paris. Las otras leyes propuestas permiten modelar el comportamiento de grieta pequeña ya sea modificando el umbral, o bien el valor del factor de intensidad de tensiones efectivo, en función de la longitud de grieta. Los resultados teóricos se comparan con los obtenidos en unos ensayos de fretting fatiga sobre un aluminio Al 7075 T651. Los resultados muestran que, aunque las vidas finales predichas por las distintas leyes son similares, la evolución de la grieta predicha sí varía, siendo más precisa la ley que considera la modificación del umbral de crecimiento en función de la longitud de grieta.

ABSTRACT

The objective of this paper is to analyze the behaviour of different procedures to predict the growth of a crack as a function of the number of cycles in fretting fatigue tests with spherical contact. In order to achieve this goal a life prediction model proposed by the authors is employed where the initiation and propagation phases are combined. Different crack growth laws are used in the propagation phase. The simplest one is Paris law. The others crack growth laws proposed make possible the modelling of short crack growth by modifying the threshold or the stress intensity factor as a function of crack length. The theoretical results are compared with those obtained in a series of fretting fatigue tests with Al 7075 T651. The results show that, although the predicted lives by the different laws are similar, the evolution of the predicted crack is different between them, being the law that modifies the threshold as a function of crack length the most accurate.

ÁREAS TEMÁTICAS PROPUESTAS: Fractura de Materiales Metálicos y Hormigón.

PALABRAS CLAVE: Fretting, Crecimiento de grieta, Grietas pequeñas.

1. INTRODUCCIÓN

La fatiga por fretting puede aparecer cuando dos elementos entran en contacto y se produce una fricción entre ellos debido a las fuerzas variables aplicadas. Este fenómeno se puede dar prácticamente en cualquier máquina o estructura, aunque no siempre es el causante de las fracturas que se producen [1]. El efecto de este fenómeno es crear una concentración de tensiones en la zona de contacto, que provoca una iniciación temprana de las grietas.

Al igual que en fatiga simple, es importante modelar este proceso correctamente, de forma que pueda saberse si un componente fallará o no, y poder así diseñarlo de forma que no falle en el tiempo de vida previsto. Sin embargo, se puede ir un paso más allá y diseñar los componentes aproximando no sólo la vida a fatiga por fretting, sino también la evolución que tendrá el daño durante el proceso. Con ello se tendrá mejor

conocimiento del proceso y se podrán obtener estimaciones más precisas de la vida del sistema. Para ello es importante saber modelar la evolución de la grieta de forma que se conozca el tamaño de la misma en un sistema después de un cierto número de ciclos de carga.

En la evolución de la grieta se distinguen dos fases: la iniciación y la propagación. No existe un acuerdo general de dónde termina una y empieza la otra. Normalmente, cada autor emplea un modelo para calcular la vida. Éste modelo puede tener en cuenta sólo la iniciación, considerando que prácticamente toda la vida del elemento se dedica a iniciar la grieta en un punto; sólo la propagación, suponiendo que la grieta se inicia rápidamente y todo el proceso se consume en propagarla hasta el fallo; o una combinación de ambas. En este último caso, la combinación de una y otra fase para obtener la vida final se puede hacer de distintas formas.

Algunos de los modelos basados en el análisis de la iniciación están enfocados a determinar el límite de fatiga. También se han llegado a utilizar para predecir la vida, aunque cuando hay grandes gradientes de tensiones, como en el fretting, no es muy correcto [2]. En cualquier caso, con los modelos de iniciación no se puede predecir la evolución de la grieta.

Los modelos que sólo tienen en cuenta la propagación de la grieta necesitan definir una longitud inicial, pero en cuanto ésta está definida, se puede calcular tanto la vida como la evolución de la grieta [3]. Estos modelos pueden trabajar bien en algunos casos, cuando la fase de iniciación sea pequeña en comparación con la propagación. El problema reside en que no se sabe, con anterioridad a la aplicación del modelo, la importancia relativa entre una y otra fase.

En cuanto a los modelos que combinan la iniciación con la propagación, también se pueden dividir en dos categorías: los que definen a priori una longitud a partir de la cual se considera propagación y los que combinan las dos fases pero dejando como incógnita dónde se produce el tránsito entre una fase y otra. En los primeros, la longitud mencionada se suele tomar suficientemente grande como para que las fuerzas de contacto ya no influyan en el crecimiento. De esta forma la fase de propagación que se obtiene es pequeña respecto a la de iniciación, que se evalúa a partir de las tensiones en la superficie [4] o cerca de ella [5]. La consecuencia es que este modelo no sirve para predecir la evolución de la grieta. En cambio, el modelo que no fija a priori dónde termina la iniciación sí es capaz de predecir la evolución de la grieta desde su misma iniciación porque, ya sea por iniciación o por propagación, está modelando el comportamiento de la grieta en cada punto desde que se inicia hasta que se llega a la fractura final [6].

En este artículo se empleará este último modelo para predecir la evolución de la grieta en algunos ensayos de fretting fatiga con contacto esférico. Algunos de estos ensayos fueron interrumpidos con el objetivo de medir las grietas existentes después de un número prefijado de ciclos. Se proponen distintas leyes de crecimiento para modelar la propagación de grietas pequeñas haciendo posteriormente un análisis crítico de las distintas aproximaciones.

2. ENSAYOS

Los ensayos se realizaron sobre un aluminio 7075 T651 cuyas propiedades se detallan en [7]. El esquema del ensayo se muestra en la figura 1. Inicialmente, sobre los elementos de contacto, se aplica una fuerza normal y constante, N . Posteriormente se aplica la fuerza axial variable, P , sobre la probeta. La rigidez, K , del soporte de los elementos de contacto hace que aparezca como resultado una fuerza tangencial, Q , también variable. En el caso que nos ocupa, los elementos de contacto que

producen la fuerza normal fueron esferas de radio 100 mm.

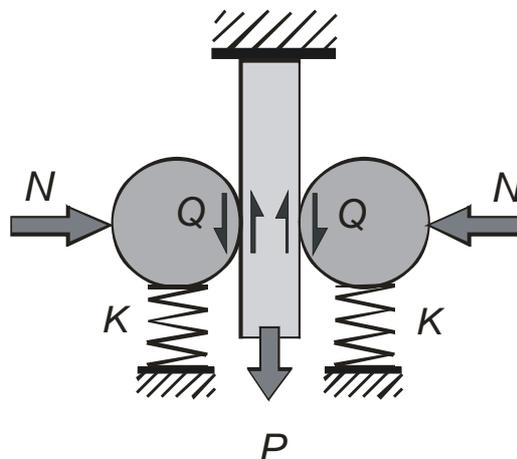


Figura 1. Esquema del montaje de un ensayo de fretting.

Para cada combinación de fuerzas aplicadas se han realizado varios ensayos: un primer ensayo donde se llegó hasta la rotura; los siguientes ensayos con las mismas cargas se interrumpieron a distintos números de ciclos antes de que llegaran a romper. Estos ensayos interrumpidos se analizan posteriormente con el objetivo de determinar el tamaño de las posibles grietas existentes en la probeta. La tabla 1 muestra los valores de las fuerzas aplicadas en cada ensayo y el número de ciclos de rotura o de interrupción en cada caso. Los valores de las fuerzas aplicadas se han elegido de forma que la rotura se produjera a un número elevado de ciclos. Con esto se pretende que las tensiones sean lo suficientemente bajas como para que la grieta pase por una fase de ralentización en su crecimiento cuando todavía es pequeña, en los primeros cientos de micras. Esta es la zona más importante de su crecimiento, ya que aquí se decide si la grieta se para o no; y la más difícil de modelar. De esta forma se pone a prueba la bondad de las leyes de crecimiento utilizadas.

Nº	σ (MPa)	Q (N)	N (N)	Nº ciclos	Fin
1	60	120	240	840000	fallo
2	60	120	240	200000	interr
3	60	120	240	100000	interr
4	60	120	240	50000	interr
5	45	210	420	1680000	fallo
6	45	210	420	500000	interr
7	45	210	420	200000	interr
8	45	210	420	50000	interr

Tabla 1. Fuerzas y número de ciclos aplicados en los ensayos.

La figura 2 muestra los perfiles de grieta obtenidos en los ensayos 2 y 3, mientras que la figura 3 muestra los obtenidos en los ensayos 6 y 7. En estas gráficas no se han representado las grietas encontradas a 50000 ciclos (ensayos 4 y 8) porque en realidad no había una grieta dominante sino multitud de ellas con longitudes en torno a las 10 ó 20 micras. Esto indica todavía una fuerte influencia de la iniciación. Aunque las figuras mencionadas no representan la evolución del perfil de grieta en un ensayo en concreto ya que cada curva corresponde a un ensayo distinto, sí se puede considerar que se aproximan a la evolución real para cada condición de carga. En estas figuras incluso se puede apreciar cómo varía la relación de aspecto a medida que crece la grieta. Inicialmente es más achatada y progresivamente, a medida que se aleja de la influencia de las tensiones de contacto, se hace más circular, aproximándose a la forma que tiene una grieta cuando sólo está sometida a una tensión axial. El achatamiento inicial es debido a que en la zona de iniciación las tensiones en la superficie varían poco, mientras que existe un gradiente de tensiones muy alto con la profundidad.

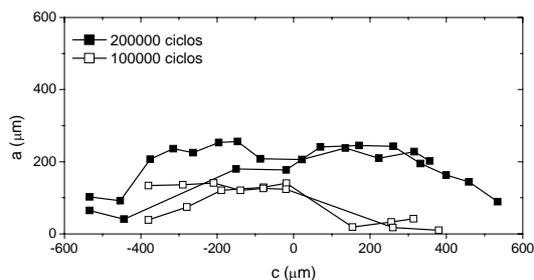


Figura 2. Perfil de grieta en los ensayos con $\sigma = 60$ MPa, $Q = 120$ N y $N = 240$ N.

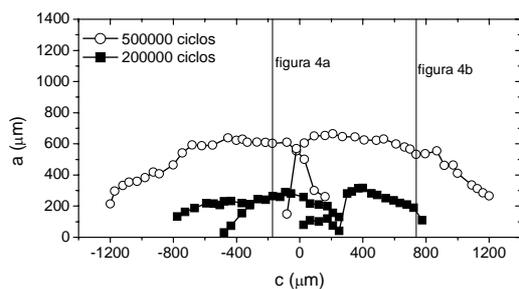


Figura 3. Perfil de grieta en los ensayos con $\sigma = 45$ MPa, $Q = 210$ N y $N = 420$ N.

En la figura 4 se muestran dos fotografías correspondientes a la grieta encontrada en el ensayo nº 6 en dos zonas distintas. La grieta de la figura 4a se encuentra en la zona central según se encuentra marcada en la figura 3. Es en esta zona donde los criterios de fatiga multiaxial predicen los valores más altos en sus tensiones equivalentes. Debido a ello, el daño producido en la superficie es muy alto. Las grietas se inician aproximadamente en el plano donde las tensiones

tangenciales son máximas, normalmente con un ángulo menor de 45° respecto de la superficie, para luego girar a una profundidad de unas 20 micras y crecer formando un ángulo entre 70 y 80 grados (74° en el caso de la figura 4a). En cambio, la sección de la grieta mostrada en la figura 4b se encuentra alejada de esta zona de iniciación, ver figura 3. Como se puede observar, no hay daño en la superficie y la grieta crece desde la misma limpia y perpendicularmente. Estas dos fotografías son características de estos dos tipos de comportamiento. Analizando todas las secciones de la grieta se puede observar que en la parte central de la misma la forma es similar a la de la figura 4a y en los extremos son como la mostrada en la figura 4b. Estas características permiten detectar fácilmente en este tipo de contacto, esfera-plano, dónde se produce la iniciación de las grietas.

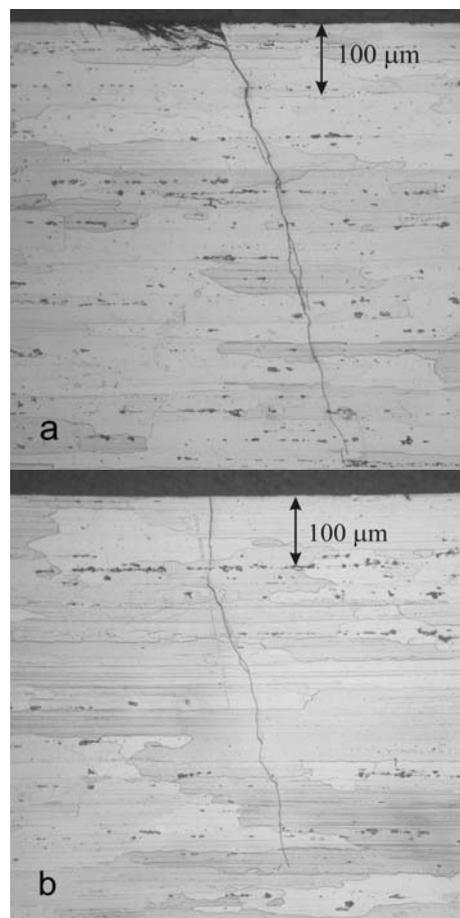


Figura 4. Grietas correspondientes al ensayo 6, interrumpido con 500000 ciclos: a) grieta de 602 μm ; b) grieta de 533 μm .

3. MODELO

El modelo utilizado para la predicción de vida fue propuesto por los autores [6] y tiene la característica de que combina las fases de iniciación y de propagación, sin que haya que definir a priori cuándo termina una y cuándo empieza la otra. Este modelo se ha empleado de

forma exitosa en la predicción de vida en ensayos de fretting con contacto esférico y cilíndrico [6,7].

En la fase de iniciación es necesario introducir un criterio de fatiga multiaxial debido al carácter de las tensiones en fretting fatiga, en este caso se empleará el de McDiarmid [8]. En cualquier caso, otro criterio no produciría grandes cambios puesto que en estos ensayos la fase de iniciación se encuentra entre 1 y 6% de la vida total, dependiendo de qué ley de propagación se utilice.

En la fase de propagación se analizarán cinco leyes de crecimiento distintas que se detallan a continuación. En primer lugar la más sencilla, la ley de Paris, que tiene el inconveniente de que no tiene en cuenta el comportamiento característico de las grietas pequeñas:

$$\frac{da}{dN} = C \Delta K^n \quad (1)$$

Precisamente para tener en cuenta el crecimiento de las grietas pequeñas se utilizan las siguientes variantes, ya empleadas en otros trabajos [7,9]. En la primera se añade el umbral de crecimiento de grietas pero modificándolo en función de la longitud de grieta. En realidad se utilizarán dos modalidades, dependiendo de la forma en que se modifique el umbral:

$$\frac{da}{dN} = C \left(\Delta K^n - \left(\Delta K_{th\infty} \cdot \sqrt{\frac{a}{a+a_0}} \right)^n \right) \quad (2)$$

$$\frac{da}{dN} = C \left(\Delta K^n - \left(\Delta K_{th\infty} \cdot \left(\frac{a^f}{a^f + a_0^f - l_0^f} \right)^{1/2f} \right)^n \right) \quad (3)$$

A la primera se le denominará UH y a la segunda UV. Los factores que multiplican al umbral de crecimiento de grieta larga provienen de la aproximación teórica al diagrama de Kitagawa-Takahashi, en el que se representa la tensión umbral en función de la longitud de grieta. La primera aproximación a este diagrama, incluida en la ecuación (2), se debe a El Haddad [10], la segunda, incluida en la ecuación (3), se debe a Vallellano [11].

En la segunda variante también se añade el umbral de crecimiento, aunque en esta ocasión se modifica el factor de intensidad de tensiones. También se consideran dos aproximaciones:

$$\frac{da}{dN} = C \left(\left(\Delta K \cdot \sqrt{\frac{a+a_0}{a}} \right)^n - \Delta K_{th\infty}^n \right) \quad (4)$$

$$\frac{da}{dN} = C \left(\left(\Delta K \cdot \left(\frac{a^f + a_0^f - l_0^f}{a^f} \right)^{1/2f} \right)^n - \Delta K_{th\infty}^n \right) \quad (5)$$

A la primera se hará referencia denominándola KH y a la segunda KV. En estas ecuaciones $\Delta K_{th\infty}$ es el umbral de crecimiento de grieta larga, f es un parámetro que de forma general se toma igual a 2.5, l_0 es la distancia típica hasta la primera barrera microestructural y a_0 es la llamada constante de El Haddad que viene definida por la expresión

$$a_0 = \frac{1}{\pi} \left(\frac{\Delta K_{th\infty}}{\Delta \sigma_{FL}} \right)^2 \quad (6)$$

donde $\Delta \sigma_{FL}$ es el límite de fatiga.

Con las cinco aproximaciones propuestas, ecuaciones (1) a (5), no sólo se puede calcular la vida final sino que también se puede calcular la evolución de la grieta. Este cálculo constituye una prueba mucho más estricta para los modelos de crecimiento porque requiere que la evolución de la grieta sea la correcta no sólo en su valor final (vida estimada) sino a todo lo largo de su recorrido. De esta forma es más fácil dilucidar cuál de las leyes de crecimiento planteadas, ecuaciones (1) a (5), se ajusta más a la realidad.

4. RESULTADOS

Aplicando el modelo explicado en el punto anterior a los ensayos realizados, se obtienen las curvas mostradas en las figuras 5 y 6. Estas curvas muestran la longitud estimada de la grieta en función del número de ciclos de carga aplicado. Se muestran mediante líneas los resultados de aplicar las cinco leyes de crecimiento propuestas y además, mediante puntos, las longitudes de las grietas medidas en los ensayos interrumpidos. Conviene destacar que la longitud de grieta mostrada en estas gráficas es la del fondo de la grieta, es decir, el valor más alto. Por cada ensayo interrumpido se representan las dos longitudes de grieta experimentales, correspondientes a los dos lados de la probeta donde se produce el contacto (figura 1). En la figura 6, en el ensayo de 500000 ciclos sólo se representa una porque en el otro lado la carga tangencial realmente aplicada difería excesivamente de los 210 N nominales.

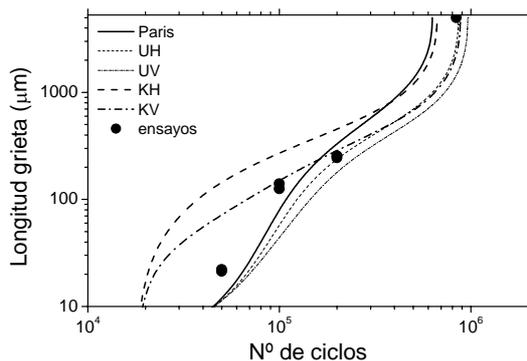


Figura 5. Evolución de la grieta con $\sigma = 60$ MPa, $Q = 120$ N y $N = 240$ N.

En la evolución de la grieta en los dos casos analizados se observa una diferencia relacionada con las cargas aplicadas. En el primer caso, figura 5, la iniciación es más lenta aunque luego crece más rápidamente e incluso el fallo se produce antes que en el segundo caso, figura 6. La razón es que en el primero las fuerzas de contacto son mucho menores que en el segundo, mientras que la tensión axial es más alta en el primero que en el segundo. También se observa cómo, a pesar de que las grietas se inician rápidamente, más de la mitad de la vida se emplea en generar una grieta de 1 mm.

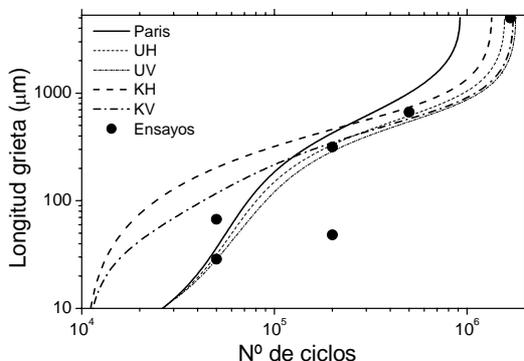


Figura 6. Evolución de la grieta con $\sigma = 45$ MPa, $Q = 210$ N y $N = 420$ N.

Tal como se había comprobado en trabajos anteriores [6,7,9], las leyes propuestas estiman razonablemente la vida experimental. Los resultados presentados en este artículo van más allá y muestran que la predicción de la evolución de la longitud de la grieta se acerca bastante a la realidad. Algunas leyes de crecimiento predicen vidas totales muy similares aunque con una evolución de la grieta distinta. Precisamente éste era uno de los objetivos de este trabajo, tratar de discernir cuáles son las leyes de crecimiento que se ajustan más a la realidad a través de su evolución con el número de ciclos de carga aplicada. Según las figuras 5 y 6, las leyes de crecimiento que modifican el factor de intensidad de

tensiones (KH y KV) predicen un crecimiento muy rápido en el inicio de la grieta que no se corresponde con la realidad. Esta velocidad inicial estimada tan rápida es debida a que el factor por el que se multiplica el FIT en estas leyes tiende a infinito cuando la longitud de la grieta y el FIT tienden a cero. La velocidad de crecimiento estimada se muestra en las figuras 7 y 8. De los resultados obtenidos se puede afirmar que, aunque al modificar el umbral se obtienen mejores resultados, la velocidad de crecimiento parece ser algo más elevada que las predichas por UH y UV cuando la grieta es pequeña.

Por otro lado, no hay gran diferencia entre la modificación propuesta a partir de la constante de El Haddad, ecuaciones (2) y (4), y la propuesta por Vallellano, ecuaciones (3) y (5). En este sentido no se puede llegar a un criterio claro para utilizar una u otra. La ley de Paris obtiene un buen resultado si se tiene en cuenta su simplicidad y que no tiene en cuenta el comportamiento de grietas pequeñas. No obstante, por esta misma razón, y tal como se ha resaltado en otros trabajos de los autores [7], esta ley de crecimiento dará peores resultados para altos números de ciclos.

Por último, la figura 6 muestra que las longitudes de grieta medidas en ambas caras de la probeta en algún caso son muy distintas, al contrario que en la figura 5. Esto puede deberse a que el ensayo con $\sigma = 45$ MPa y $Q = 210$ N tiene una vida muy alta y por lo tanto se encuentra muy cerca del llamado límite de fatiga por fretting. Dicho límite es simplemente un límite de fatiga que viene determinado por la geometría, coeficiente de rozamiento y las fuerzas aplicadas en fretting [7]. Al igual que en fatiga simple, pequeñas variaciones en la fuerza aplicada en las inmediaciones de dicho límite producen grandes variaciones en la vida, llegando incluso a determinar el fallo o no fallo de la pieza. La cercanía a esta zona queda reflejada en la velocidad de crecimiento. En la figura 8 aparece claramente una disminución de la velocidad de crecimiento que no es tan acusada en la figura 7. En esta situación, pequeñas variaciones en algunos parámetros, como por ejemplo la carga tangencial aplicada, Q , que no es necesariamente la misma en los dos contactos de la probeta ensayada, implican una gran variación en el crecimiento de la grieta. La microestructura también puede jugar un gran papel, introduciendo barreras al crecimiento. Las longitudes de grieta que se observan en la figura 6 a 200000 ciclos son 316 y 50 micras, esta última muy por debajo de la longitud estimada y del mismo tamaño del grano medio para este material. La figura 9 muestra una fotografía típica en este ensayo, n°7, en la zona de contacto donde la longitud máxima de la grieta tiene 50 micras. En la fotografía se observa que las grietas, que en esta sección tienen 30 micras de longitud, están confinadas en el primer grano. En este caso, la carga tangencial aplicada era en realidad de 204 N. Esto, junto con el tamaño de grano de 50 micras y la cercanía al límite de fatiga por fretting, podría explicar por qué las grietas no han sido capaces de superar las 50 micras de profundidad.

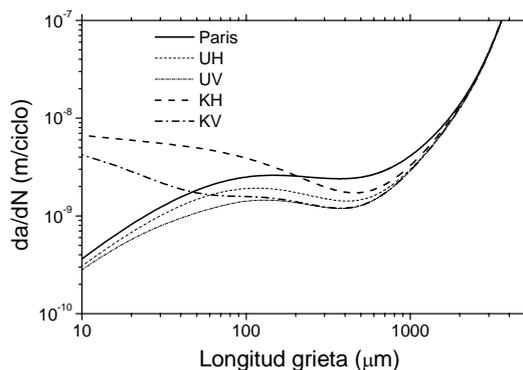


Figura 7. Velocidad de crecimiento de la grieta estimada con $\sigma = 60$ MPa, $Q = 120$ N y $N = 240$ N.

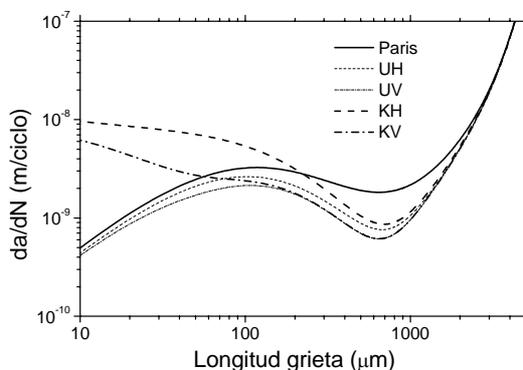


Figura 8. Velocidad de crecimiento de la grieta estimada con $\sigma = 45$ MPa, $Q = 210$ N y $N = 420$ N.

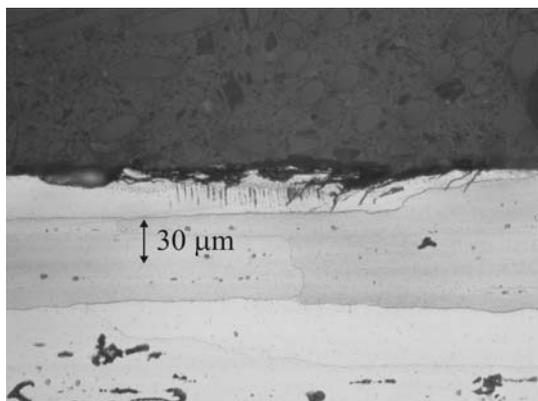


Figura 9. Grietas en el ensayo interrumpido con 200000 ciclos y $\sigma = 45$ MPa, $Q = 210$ N y $N = 420$ N.

5. CONCLUSIONES

El análisis de los ensayos realizados permite obtener una serie de conclusiones acerca de la evolución de las grietas en fatiga por fretting y la aplicabilidad del modelo utilizado para las estimaciones de vida y de evolución de la grieta. Dichas conclusiones se detallan a continuación.

El modelo empleado para la estimación de vida también permite la predicción de la longitud de la grieta en función del número de ciclos de carga aplicado, obteniéndose buenos resultados.

Las leyes de crecimiento que modifican el factor de intensidad de tensiones estiman unas velocidades de crecimiento demasiado altas cuando la grieta es pequeña. Por el contrario, las leyes que modifican el umbral de crecimiento obtienen unos resultados más cercanos a la realidad, aunque, probablemente se esté subestimando la velocidad cuando la grieta es pequeña.

Se ha comprobado tanto experimental como analíticamente que valores altos de las fuerzas de contacto provocan una iniciación más temprana de las grietas, aunque esto no quiere decir que la probeta vaya a fallar antes.

En el análisis metalográfico de las grietas se ha comprobado la forma elíptica de las mismas y la variación de la relación de aspecto en función de la longitud. Además, se ha observado la distinta morfología de la grieta en función de su localización.

AGRADECIMIENTOS

Los autores desean agradecer al Ministerio de Educación y Ciencia por la financiación de la investigación a través del proyecto DPI2004-07782-C02-01.

REFERENCIAS

- [1] R.B. Waterhouse, T.C. Lindley. (1994) *ESIS Publication 18*. MEP, London.
- [2] W.S. Sum, E.J. Williams, S.B. Leen, "Finite element, critical-plane, fatigue life prediction of simple and complex contact configurations", *International Journal of Fatigue* 27, pp. 403-416, 2005.
- [3] T. Hattori, M. Nakamura, T. Watanabe, "Simulation of fretting-fatigue life by using stress-singularity parameters and fracture mechanics", *Tribology International* 36, pp.87-97, 2003.
- [4] M.P. Szolwinski, T.N. Farris, "Observation, analysis and prediction of fretting fatigue in 2024-T351 aluminum alloy", *Wear* 221, pp.24-36, 1998.
- [5] J.A. Araújo, D. Nowell, "The effect of rapidly varying contact stresses fields on fretting fatigue", *Int. J. Fatigue* 24, pp.763-775, 2002.
- [6] C. Navarro, M. García, J. Domínguez, "A procedure for estimating the total life in fretting fatigue", *Fatigue and Fracture of Engineering Materials and Structures* 26, pp.459-468, 2003.
- [7] S. Muñoz, C. Navarro, J. Domínguez, "Application of fracture mechanics to estimate fretting fatigue endurance curves", enviado a *Engineering Fracture Mechanics* en 2005.
- [8] D.L. McDiarmid, "A shear stress based critical-plane criterion of multiaxial fatigue failure for

- design and life prediction”, *Fatigue Fract. Engng. Mater. Struct.* 17, pp.1475-1484, 1994.
- [9] C. Navarro, S. Muñoz, J. Domínguez, “Propagation in fretting fatigue from a surface defect”, *Tribology International*, aceptado 2006.
- [10] M.H. El Haddad, T.H. Topper, K.N. Smith, “Prediction of non propagating cracks”, *Engng. Fract. Mech.* 11, pp.573-584, 1979.
- [11] C. Vallellano, J. Domínguez, A. Navarro, “On the estimation of fatigue failure under fretting conditions using notch methodologies”, *Fatigue Fract Engng Mater Struct.* 26, pp.469-478, 2003.

INFLUENCIA DEL HIDRÓGENO EN LAS PROPIEDADES MECÁNICAS DE DOS FUNDICIONES DE GRAFITO ESFEROIDAL DE DIFERENTE COMPOSICIÓN QUÍMICA Y UNA FUNDICIÓN DE GRAFITO LAMINAR

A. Albístur Goñi¹, J. Fernández Carrasquilla²

Departamento de Mecánica, Energética y de Materiales, E.T.S. de Ingenieros Industriales y de Telecomunicación, Universidad Pública de Navarra, Campus de Arrosadía, 31006 Pamplona, Navarra, España.

¹E-mail: albistur.31222@e.unavarra.es

Tfno: 948168471

²E-mail: ferca@unavarra.es

Tfno: 948169302. Fax: 948169099

RESUMEN

El objetivo de este trabajo es el estudio del comportamiento mecánico de dos fundiciones de grafito esférico de diferente composición química y una fundición de grafito laminar, cuando han sido previamente cargadas con hidrógeno. Para eso se utiliza una disolución de H₂SO₄ 0.5 M con adición de As₂O₃ y se aplica una densidad de corriente de aproximadamente 20 mA/cm², durante 8 horas a temperatura ambiente. Para evaluar el comportamiento de estas fundiciones frente al hidrógeno, se lleva a cabo una segunda etapa de ensayos mecánicos consistente en ensayos de tracción, flexión por choque sobre probeta Charpy y dureza, tanto en muestras cargadas como sin cargar catódicamente con hidrógeno. Asimismo, se hace uso de las técnicas de microscopía electrónica de barrido y espectroscopía óptica de descarga luminiscente (GDOES), para analizar los micromecanismos de fractura y la concentración de hidrógeno absorbida por la muestra en función de la profundidad y el tiempo respectivamente. De estos ensayos se deduce que el hidrógeno, que se concentra en su mayor parte en la superficie de las muestras, produce una pérdida de ductilidad, resistencia máxima a tracción, límite elástico y dureza, y una variación en la resiliencia de las tres fundiciones.

ABSTRACT

This paper has the aim of studying the mechanical behaviour of two cast irons of nodular graphite with different chemical composition and a cast iron with lamellar graphite, when they have been previously charged with hydrogen. To carry out this study, a H₂SO₄ 0.5M solution with addition of As₂O₃ is used and a current density of 20 mA/cm², which is maintained for 8 hours at room temperature. To assess the behaviour of the cast irons we proceed to the next phase, which consists of tensile, Charpy impact resistance and hardness tests applied to charged and non-charged with hydrogen samples. Additionally, scanning electron microscopy and glow discharge optical emission spectroscopy (GDOES) techniques are used to evaluate the fracture micromechanisms and the concentration of hydrogen absorbed by the samples as a function of depth and time respectively. It can be deduced from this research that hydrogen, which concentrates preferentially in the surface of the samples, leads to ductility, hardness, yield and tensile strength losses, and a variation of the resilience of the three cast irons.

ÁREAS TEMÁTICAS PROPUESTAS: Fractura de Materiales Metálicos y Hormigón.

PALABRAS CLAVE: Hidrógeno, Fragilización, Fundiciones.

1. INTRODUCCIÓN

El efecto nocivo del hidrógeno sobre las propiedades mecánicas de los materiales se conoce desde finales del siglo XIX, se refleja principalmente en una disminución de la ductilidad y no se restringe únicamente al hierro y sus aleaciones, sino que se extiende a otros muchos metales.

La fragilización por hidrógeno es un término que describe una amplia variedad de fenómenos de fractura que han supuesto una gran dificultad llegar a clasificarlos. J.P. Hirth [1] propone la siguiente clasificación dependiendo del modo en que el hidrógeno entra en el material, el efecto sobre las propiedades mecánicas y el modo de fallo resultante: agrietamiento

bajo tensión debido al hidrógeno, fragilización ambiental debida al hidrógeno, pérdida de ductilidad, ataque de hidrógeno, ampollamiento, formación de copos, microperforación debida a altas presiones de hidrógeno, empeoramiento de las propiedades de fluencia, formación de hidruros y fallo retardado inducido por hidrógeno.

El hidrógeno puede estar presente en el interior del material o en el ambiente que lo rodea como resultado del proceso de fusión y moldeo, electrorrecubrimiento, tratamiento desoxidante, soldadura o su exposición durante la vida en servicio del material a un ambiente ácido, vapor de agua o hidrógeno gaseoso. A la hora de estudiar el fenómeno de la fragilización por hidrógeno en el laboratorio, es una práctica muy común someter

las muestras a una atmósfera de hidrógeno en condiciones de alta presión y temperatura para proporcionar una fuente inicial de hidrógeno, sin embargo, no es tan común como la carga electrolítica con hidrógeno que, además, es la que se utiliza en este estudio. Esta técnica se caracteriza por su sencillez, aunque proporciona una distribución irregular del hidrógeno en la probeta y produce frecuentemente un microagrietamiento superficial.

Una vez que el hidrógeno ha sido adsorbido, éste difunde hacia el interior del material o se desplaza aprovechando el movimiento de las dislocaciones hasta que interacciona con los defectos o heterogeneidades microestructurales (huecos, dislocaciones, bordes de grano, precipitados coherentes, precipitados incoherentes, inclusiones, etc.) pudiendo quedar atrapado de forma reversible o irreversible. Son estas interacciones las que originarán el fallo. La modificación del comportamiento mecánico de los materiales en presencia de hidrógeno puede explicarse mediante: la teoría de descohesión de Zepffe, la teoría de la presión plana de Petch-Stables, el modelo de la energía superficial, la formación de hidruros y el aumento local de la plasticidad.

De todas estas etapas implicadas en el fenómeno de la fragilización por hidrógeno, este trabajo se centra en su efecto en las propiedades mecánicas del material y la observación y evaluación de la fractura.

2. EXPERIMENTAL

Los materiales seleccionados para su estudio en este trabajo han sido dos fundiciones de grafito esferoidal de matriz ferrítica y una fundición gris de grafito laminar de matriz perlítica. A las dos fundiciones dúctiles las denominaremos fundición dúctil sin acondicionar (FDSA) y fundición dúctil acondicionada (FDA) mientras que utilizaremos la abreviatura FG para denominar a la fundición gris. El acondicionamiento en la fundición dúctil se refiere a la adición de una mezcla consistente en Si, Ca, Al, Zr, Mn, Bi y Ce en una determinada proporción y cuyo objetivo es mejorar la microestructura de la fundición y elevar el número de nódulos/mm² [2]. Las fundiciones dúctiles fueron suministradas en cubos de 300 mm de arista en bruto de colada, mientras que la fundición gris se extrajo directamente del bloque motor al que pertenece el material, también en bruto de colada. La composición química de los materiales se resume en la tabla 1. Para la obtención del contenido en carbono y azufre se ha utilizado un determinador de carbono-azufre y para el contenido en nitrógeno un determinador de nitrógeno-oxígeno. Para el resto de los elementos químicos se ha utilizado un espectrómetro de emisión ICP.

Las probetas fueron preparadas usando papel de carburo de silicio de 180, 320, 400, 600 y 1200 grit y pulidas mediante suspensión de diamante de 9, 3 y 1 µm para acabar con un pulido en sílice coloidal. Para revelar la microestructura, las muestras fueron atacadas con nital al 2%. Las fundiciones sin acondicionar y

acondicionada muestran matriz ferrítica con tamaños de grano ASTM entre 3 y 4, y 4 y 5, respectivamente, mientras que la fundición gris posee una matriz perlítica.

	C	Mn	Si	P
FDSA	3.22	0.035	1.9	0.022
FDA	3.182	0.037	1.9	0.023
FG	3.456	0.57	2	0.027
	S	Cr	Ni	Mo
FDSA	0.0073	0.014	0.012	<0.001
FDA	0.00305	0.012	0.01	<0.001
FG	0.07194	0.64	0.013	0.01
	Cu	Al	Ti	Nb
FDSA	0.002	0.036	0.021	<0.001
FDA	0.002	0.037	0.019	<0.001
FG	0.07	<0.001	0.01	<0.001
	V	Mg	Ca	N
FDSA	<0.001	0.023	<0.001	0.00503
FDA	<0.001	0.037	0.21	0.00403
FG	<0.001	0.001		0.00979
	Ce	Bi		
FDSA	<0.001	<0.001		
FDA	<0.001	<0.001		

Tabla 1. Composición química (en porcentaje en peso) de las fundiciones estudiadas.

La carga catódica con hidrógeno se realizó en disolución de H₂SO₄ 0.5M a la que se le añadieron 7.7 mg/l de As₂O₃, lo que evita la recombinación de los átomos de hidrógeno generados en la superficie del cátodo y en consecuencia favorece su adsorción, incrementándola considerablemente. La corriente aplicada fue de aproximadamente 20 mA/cm² y se mantuvo durante 8 horas. La carga catódica se llevó a cabo a temperatura ambiente.

Una vez transcurridas las 8 horas de carga electrolítica, se procedió al estudio de las propiedades mecánicas de las fundiciones procurando que los ensayos se llevaran a cabo dentro de un intervalo de tiempo no superior a una hora tras extraer las muestras de la cuba electrolítica. Mediante el ensayo de flexión por choque sobre probeta Charpy con entalla en V, según la norma UNE 7-475-92, se obtuvo la resiliencia de las fundiciones antes y después de ser cargadas con hidrógeno. Conviene aclarar que se realizaron en primer lugar, ensayos en los que el mecanizado de la entalla en V fue anterior al proceso electrolítico y ensayos en los que el mecanizado fue posterior a la carga catódica con hidrógeno. En ambos casos, se llevaron a cabo ensayos a temperatura ambiente (22-25° C), -20 y -30° C utilizando nieve carbónica para el enfriamiento de las muestras.

En la máquina de tracción/compresión se llevó a cabo el ensayo de tracción a temperatura ambiente a una velocidad de 350 N/s y siguiendo la norma UNE 7-474-92. También se determinaron los valores de dureza Vickers de acuerdo con la norma EN ISO 6507-1.

Una vez finalizados los ensayos se llevó a cabo un estudio fractográfico de las muestras de tracción mediante la técnica de microscopía electrónica de barrido. Asimismo se hizo un análisis de la distribución del hidrógeno en función de la profundidad de la muestra y su evolución con el tiempo utilizando la técnica de espectroscopia óptica de descarga luminiscente (GDOES).

3. RESULTADOS

Los resultados del ensayo de tracción se presentan en la tabla 2 y muestran, para la fundición dúctil sin acondicionar, una disminución de la resistencia a tracción, límite elástico, alargamiento y estricción de un 1.5, 4.6, 30.1 y 27.8% respectivamente. Algo similar ocurre para la fundición dúctil acondicionada, puesto que sus propiedades mecánicas también disminuyen. La resistencia máxima lo hace en un 7.2%, su límite elástico en un 3.4% y su alargamiento y estricción en un 24.3 y 20.4% respectivamente. En el caso de la fundición gris, la resistencia máxima, el alargamiento y la estricción disminuyen un 0.2, 28.6 y 100% respectivamente. La figura 1 corresponde a las macrofotografías y fractografías de las superficies de fractura de las muestras sometidas al ensayo de tracción.

Fundición	Muestras sin cargar con hidrógeno			
	R _m (MPa)	R _{p0.2} (MPa)	A (%)	Z (%)
FDSA	387.9	259	22.9	18.7
FDA	362.4	262	7.4	4.9
FG	220.3	-	1.4	1.2
Muestras cargadas con hidrógeno				
FDSA	382.0	247	16.0	13.5
FDA	336.3	253	5.6	3.9
FG	219.8	-	1.0	0

Tabla 2. Resultados obtenidos en el ensayo de tracción.

En la tabla 3 se ofrecen los resultados obtenidos en el ensayo de dureza Vickers. Se observa una tendencia común para las tres fundiciones. En los tres casos la dureza disminuye en un 4.7, 2.9 y 1% respectivamente.

Fundición	Muestras cargadas con hidrógeno
FDSA	HV 100 128
FDA	HV 100 139
FG	HV 100 195
Muestras cargadas con hidrógeno	
FDSA	HV 100 122
FDA	HV 100 135
FG	HV100 193

Tabla 3. Resultados obtenidos en el ensayo de dureza Vickers.

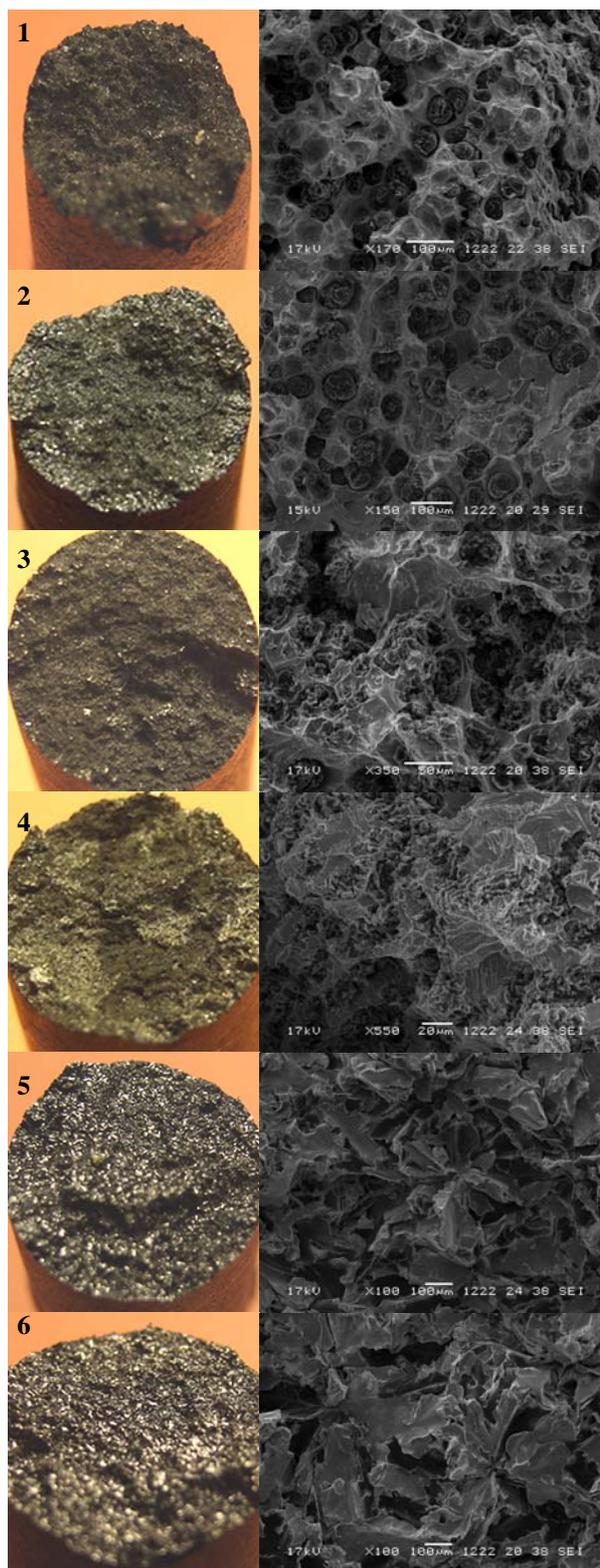


Figura 1. Macrofotografías y fractografías de las superficies de fractura de las probetas de tracción correspondientes a: (1) fundición dúctil sin acondicionar y sin cargar con hidrógeno (2) fundición dúctil sin acondicionar y cargada con hidrógeno (3) fundición dúctil acondicionada y sin cargar con hidrógeno (4) fundición dúctil acondicionada y cargada

con hidrógeno (5) fundición gris sin cargar con hidrógeno (6) fundición gris cargada con hidrógeno.

La tabla 4 muestra los resultados obtenidos en el ensayo de flexión por choque sobre probeta Charpy y entalla en V mecanizada con posterioridad al proceso electrolítico. Se observa un aumento de un 5.3% de la resiliencia de la fundición dúctil sin acondicionar a temperatura ambiente, mientras que a baja temperatura (-20 y -30° C) disminuye un 35.1 y 6.3% respectivamente. De nuevo, la resiliencia de la fundición dúctil acondicionada se ha incrementado en un 35.3%, 6.6% y 2.6% a temperatura ambiente, -20 y -30° C. Para el caso de la fundición gris, la resiliencia disminuye a temperatura ambiente un 2.3% y aumenta a baja temperatura (-20 y -30° C) un 2.5 y un 8.7% respectivamente.

Fundición	Muestras sin cargar con hidrógeno		
	KV (J) T _a	KV (J) -20° C	KV (J) -30°
FDSA	18.82	14.12	10.16
FDA	10.78	8.55	6.53
FG	3.04	2.82	2.75
Muestras cargadas con hidrógeno			
FDSA	19.81	9.17	9.52
FDA	14.58	9.11	6.70
FG	2.97	2.89	2.99

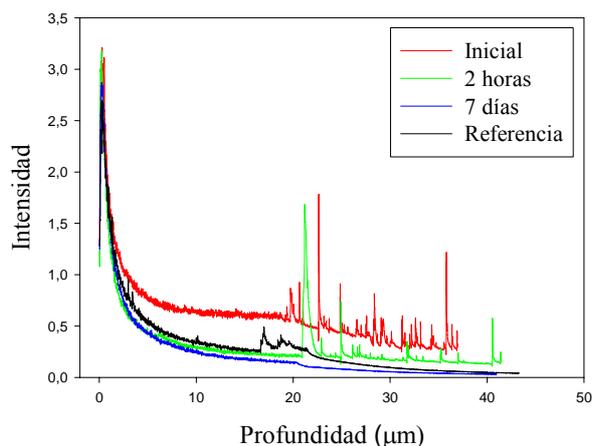
Tabla 4. Resultados obtenidos en el ensayo de flexión por choque sobre probetas Charpy y mecanizado de la entalla en V posterior al proceso electrolítico.

La tabla 5 resume los resultados obtenidos cuando la entalla en V se mecaniza con anterioridad al proceso de carga catódica. Bajo estas condiciones, la resiliencia de la fundición dúctil sin acondicionar disminuye un 13.6, 15.6 y 15.4% a temperatura ambiente, -20 y -30° C respectivamente. La energía absorbida por la fundición dúctil acondicionada aumenta un 6.9 y 5.2 a temperatura ambiente y -20° C y disminuye un 2.8% a -30° C. Finalmente y para la fundición gris, la resiliencia disminuye un 5.1, 13.3 y 9.0% a temperatura ambiente, -20 y -30° C.

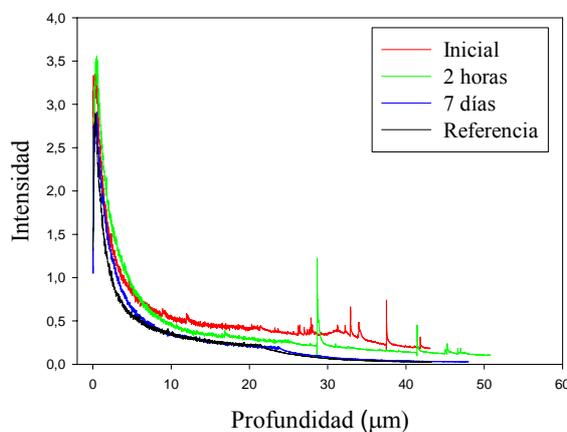
Fundición	Muestras sin cargar con hidrógeno		
	KV (J) T _a	KV (J) -20° C	KV (J) -30°
FDSA	20.79	14.68	9.38
FDA	18.09	11.05	10.07
FG	3.32	3.02	2.88
Muestras cargadas con hidrógeno			
FDSA	17.97	12.39	7.94
FDA	19.34	11.62	9.79
FG	3.15	2.81	2.62

Tabla 5. Resultados obtenidos en el ensayo de flexión por choque sobre probetas Charpy y mecanizado de la entalla en V anterior al proceso electrolítico.

FDSA



FDA



FG

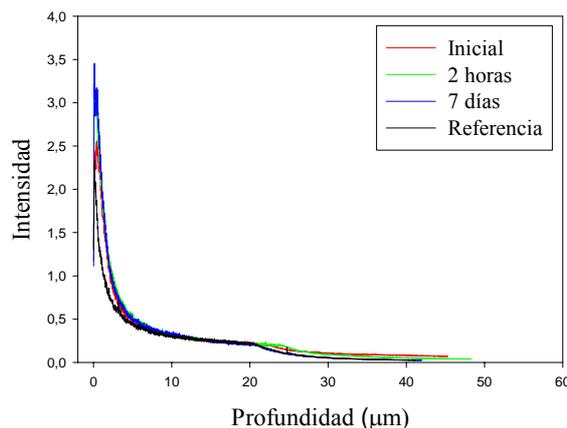


Figura 2. Concentración de hidrógeno en función de la profundidad de la muestra y evolución a lo largo del tiempo.

La figura 2 ofrece la concentración de hidrógeno (intensidad de respuesta del aparato) en función de la profundidad de la muestra y su evolución a lo largo del tiempo determinada mediante técnica GDOES. En las curvas se observa que después del análisis inicial, se

han llevado a cabo otros dos análisis posteriores tras haber transcurrido dos horas y 7 días después de haber sacado la muestra de la cuba electrolítica. Se ofrece además, el perfil correspondiente a una muestra de referencia que no fue cargada electrolíticamente con hidrógeno. A partir de estas curvas se aprecia que tras dos horas de exposición a la atmósfera y a temperatura ambiente, la fundición dúctil sin acondicionar ha perdido un 40.43% del contenido total de hidrógeno, la fundición dúctil acondicionada un 7.71%. En cambio, la fundición gris no ha experimentado pérdida alguna. Pasados siete días, las pérdidas se traducen en un 57.1%, un 38.73% y un 3.66% respectivamente y con relación al contenido total e inicial de hidrógeno.

4. DISCUSIÓN

Durante la exposición de los resultados, ha quedado demostrado cómo la introducción de hidrógeno en la red del metal ha ocasionado una modificación en las propiedades mecánicas de las tres fundiciones.

La consecuencia más directa y probada del fenómeno de la fragilización por hidrógeno es la pérdida de ductilidad reflejada tanto en la disminución del alargamiento como de la estricción y queda corroborado por la pérdida de alargamiento y estricción experimentada por las tres fundiciones, aunque de forma más significativa por la fundición dúctil sin acondicionar, seguida por la fundición gris y fundición dúctil acondicionada.

En la tabla 2 observamos, además, un fenómeno de ablandamiento producido en las tres fundiciones, que se refleja en una disminución del límite elástico más acusada en la fundición sin acondicionar, de la resistencia a tracción máxima más significativa en la fundición dúctil acondicionada y de la dureza, especialmente en la fundición acondicionada. Beachem [3] asocia este fenómeno al desbloqueo de las dislocaciones por parte del hidrógeno permitiendo que se muevan bajo tensiones más reducidas. A su vez, Birnbaum et al. [4] propusieron un mecanismo en el que el hidrógeno forma una atmósfera alrededor de las dislocaciones y otros centros de tensión elástica. La redistribución de esta atmósfera apantalla de forma efectiva la dislocación, reduciendo así la energía de interacción entre ésta y el obstáculo. En consecuencia, la dislocación puede moverse bajo esfuerzos menores.

En cualquier caso, las variaciones en las propiedades mecánicas a tracción causadas por la absorción de hidrógeno no son significativas. Esto es debido, en primer lugar, a que los materiales objeto de estudio son frágiles, siendo la fundición gris el más frágil. En segundo lugar, a que la carga electrolítica y la ejecución del ensayo mecánico no se producen simultáneamente.

Si observamos las macrofotografías correspondientes a las superficies de fractura de las muestras de tracción, no se aprecia un cambio en el modo de fallo, predominando en todas las muestras una falta de deformación plástica indicativa de una fractura frágil. Sin embargo, se observa en la muestra correspondiente a la fundición dúctil sin acondicionar y cargada con

hidrógeno, la aparición de una superficie brillante en todo el borde rodeando a la muestra de un espesor aproximado de 0.83 mm.

El estudio fractográfico de la superficie de fractura de la muestra de tracción de la fundición dúctil sin acondicionar y sin cargar con hidrógeno nos muestra huecos de tamaño uniforme y algunas zonas de microhuecos de tamaño muy pequeño que pueden haber nucleado a partir de precipitados. Por lo tanto se puede afirmar que la fractura ha sido dúctil. Sin embargo, la apariencia de superficie de la muestra cargada con hidrógeno revela tanto huecos como planos cristalográficos de bajo índice y marcas fluviales (más abundantes en la periferia de la muestra), por lo que el mecanismo de fallo es de cuasi-clivaje. Esa concentración de superficies planas en la periferia de la muestra puede ser la causa de la apariencia brillante en el borde de la probeta que se ha podido observar en la macrofotografía correspondiente.

En relación con la fundición dúctil acondicionada y sin cargar con hidrógeno, la superficie de fractura revela huecos y superficies planas, por lo que se puede deducir que el mecanismo de fallo es de cuasi-clivaje. Lo comentado para la muestra sin cargar es aplicable a la muestra sometida al proceso electrolítico.

Finalmente, las superficies de fractura de las muestras tanto cargadas con hidrógeno como sin cargar correspondientes a la fundición gris muestran planos cristalográficos de bajo índice de lo que se deduce que el mecanismo de fallo ha sido de clivaje.

Aunque la apariencia de las superficies de fractura, tanto en las muestra cargadas con hidrógeno como sin cargar son similares, tal y como se puede observar en las macrofotografías, es un hecho que el hidrógeno ha inducido un cambio en el mecanismo de fractura en la fundición dúctil sin acondicionar. No ha sucedido lo mismo en las otras dos fundiciones. Hay que tener en cuenta que a menudo, una pérdida de ductilidad no implica necesariamente un cambio en el modo de fractura.

En lo concerniente al ensayo de flexión por choque sobre probeta Charpy, hay que hacer una distinción entre las probetas cuya entalla ha sido mecanizada con posterioridad y con anterioridad a la carga catódica.

Tomando la fundición dúctil sin acondicionar y mecanización posterior a la carga catódica, observamos que la resiliencia aumenta a temperatura ambiente y disminuye a baja temperatura (-20 y -30° C) como consecuencia de la absorción de hidrógeno. Sin embargo, cuando el mecanizado es anterior, en condiciones de baja temperatura y debido a la adsorción de hidrógeno, la resiliencia experimenta una disminución más acusada que cuando el mecanizado es posterior, y a temperatura ambiente, la resiliencia disminuye.

En el caso de la fundición dúctil acondicionada y mecanizado posterior, la resiliencia aumenta en todo el rango de temperaturas. Sin embargo, cuando la mecanización es anterior, el aumento de la resiliencia a temperatura ambiente y -20° C debido a la adsorción de hidrógeno es menor si lo comparamos con el aumento

experimentado cuando la mecanización es posterior. A -30°C , esta energía disminuye.

Finalmente, para la fundición gris y mecanizado posterior, la resiliencia disminuye a temperatura ambiente y aumenta en condiciones de baja temperatura. Por el contrario, cuando el mecanizado es anterior, la resiliencia disminuye en todo el rango de temperaturas, siendo la disminución experimentada a temperatura ambiente más acusada que cuando el mecanizado es posterior.

Para los tres materiales, el mecanizado de la entalla anterior al proceso electrolítico, ha producido un empeoramiento de su comportamiento en el ensayo de impacto Charpy. Esto es debido a que el hidrógeno es transportado hacia regiones de alta tensión triaxial por difusión o mediante dislocaciones, donde se acumula hasta alcanzar una concentración crítica que reduce la resistencia cohesiva del material y da lugar al fallo.

En cualquier caso, el fenómeno de la fragilización por hidrógeno es un fenómeno dependiente de la velocidad de deformación. Cuanto menor sea ésta, más apreciables serán los efectos derivados de la introducción de hidrógeno en la red del material, por lo tanto, un ensayo de impacto como es el de Charpy no proporciona tanta información como lo puede hacer el ensayo de tracción con una velocidad de deformación lenta u otro tipo de ensayos.

De las curvas obtenidas mediante la técnica de GDOES, se observa en primer lugar que la distribución de hidrógeno no es uniforme, sino que varía con la profundidad, concentrándose en su mayor parte en la superficie de la probeta (primeras $40\text{-}45\ \mu\text{m}$ en el caso de las fundiciones dúctiles y primeras $25\ \mu\text{m}$ para la fundición gris). También se observa que para las mismas condiciones de carga catódica, la fundición dúctil acondicionada muestra un contenido en hidrógeno más alto y también la que mayor cantidad de hidrógeno ha absorbido, seguida por la fundición dúctil sin acondicionar. Por lo tanto, es la fundición gris aquella en la que el hidrógeno penetra en menor cantidad. El hidrógeno presente en las muestras disminuye a medida que pasa el tiempo, aunque tras 7 días de exposición a temperatura ambiente en un espacio abierto, todavía queda una cantidad remanente presente en las muestras y que permanece atrapado en defectos microestructurales del material. La fundición dúctil sin acondicionar es la que ha perdido más hidrógeno a lo largo de esos 7 días mientras que la fundición gris apenas ha experimentado una disminución del contenido en hidrógeno, lo que es debido a la forma, distribución y tamaño del grafito laminar que actúa como un fuerte lugar de atrapamiento de hidrógeno. Asimismo, el hidrógeno permanece en mayor cantidad en la fundición dúctil acondicionada, seguida por la fundición gris.

5. CONCLUSIONES

A partir del análisis anterior de resultados se pueden extraer las siguientes conclusiones:

El hidrógeno ha producido una pérdida de ductilidad expresada como disminución del alargamiento más acusada en la fundición dúctil sin acondicionar.

Las fundiciones han experimentado un fenómeno de ablandamiento al disminuir su resistencia máxima, límite elástico y dureza.

El hidrógeno no ha inducido un cambio en el mecanismo de fractura de las fundiciones gris y dúctil acondicionada, pero sí en la dúctil sin acondicionar, de dúctil a cuasi-clivaje.

La mecanización de la entalla con anterioridad al proceso electrolítico empeora el comportamiento de las fundiciones en el ensayo de flexión por choque sobre probeta Charpy en todo el rango de temperaturas.

La técnica de GDOES muestra una concentración del hidrógeno en la superficie de la muestra, siendo la fundición dúctil acondicionada el material que mayor cantidad ha absorbido.

Con el paso del tiempo el hidrógeno efunde, más rápidamente cuando se trata de la fundición acondicionada, aunque siempre queda una cantidad remanente en la muestra.

REFERENCIAS

- [1] Hirth, J.P., "Hydrogen problems in energy related technology", *Corrosión* 32 (1), pag. 3-26, 1976.
- [2] Suárez Sanabria, A. y Fernández Carrasquilla, J., "Influencia de la velocidad de enfriamiento en las propiedades mecánicas y microestructura de fundiciones esferoidales ferríticas en bruto de colada", *Anales de mecánica de la fractura: XXI Encuentro del grupo español de la fractura*, Punta Umbria, pag. 258-262, 2004.
- [3] Beachem, C.D., "New model for hydrogen-assisted cracking (hydrogen embrittlement)", *Metallurgical Transactions* 3 (2), pag. 437-451, 1972.
- [4] H.K. Birnbaum y P. Sofronis, *Hydrogen-dislocations interactions*, A.W. Thompson y N.R. Moody eds., *Hydrogen Effects in Materials: Proceedings of the Fifth International Conference on the Effect of Hydrogen on the Behaviour of Materials*, Jackson Lake Lodge, 1994, TMS, Nueva York (1994), pp. 15-34.

FRACTURE TOUGHNESS OF HIGH-DENSITY SINTERED STEELS

J. Bris¹, F. Benítez², A. Mateo¹, J. Calero², M. Anglada¹, L. Llanes¹

¹ Departamento de Ciencia de los Materiales e Ingeniería Metalúrgica,
Universidad Politécnica de Cataluña, Av. Diagonal 647 Pabellón E, 08028 Barcelona, España
E-mail: jorge.bris@upc.edu
Tfno: 93 401 0712 Fax: 93 401 6706

² Aplicaciones de Metales Sinterizados AMES S.A.,
08620 Sant Vincenç dels Horts, España

ABSTRACT

Yield stress, tensile strength and fracture toughness of a PM steel (Fe-4.0Ni-1.5Cu-0.5Mo-0.5C) have been studied as a function of sintered density in the high-level range, from 7.22 to 7.51 g/cm³. The material was processed by different routes combining both cold and warm compaction with single and double pressing-sintering sequences. Fracture toughness was tested by mode I crack opening in a three-point bending test in accordance with the standard procedure ASTM E-399. Validity of fracture toughness tests in these materials is discussed. A quantitative analysis of porosity was correlated with tensile and fracture parameters to assess the influence of pore morphology on mechanical behavior. Microstructural characterization reveals that pores tend to be bigger and more clustered at lower densities. All the mechanical properties increased with a reduction in porosity, being this conjugated performance a remarkable advantage over wrought steels. In spite of using three different lubricants in the processing routes involved, it is found that mechanical properties depend solely on the attained sintered density regardless the route followed to achieve it.

KEY WORDS: Fracture Toughness, Sintered Steel, High-Density

RESUMEN

Este trabajo presenta el estudio del límite elástico, la resistencia a tracción y la tenacidad de fractura de un acero sinterizado (Fe-4.0Ni-1.5Cu-0.5Mo-0.5C) en función de su densidad, en el rango de 7.22 a 7.51 g/cm³. Para obtener los diferentes niveles de densidad se emplearon seis rutas diferentes de procesamiento, en las cuales se ha variado la temperatura de compactación, el tipo de lubricante, la temperatura de sinterización y el número de etapas de compactación-sinterización. La tenacidad de fractura ha sido evaluada por ensayos de flexión en tres puntos con probetas tipo SENB siguiendo la norma ASTM E-399. Se discute la validez de los ensayos en este tipo de materiales. Se ha encontrado que todas las propiedades mecánicas del material aumentan con la densidad del sinterizado, lo cual representa un comportamiento ventajoso comparado con el de materiales macizos comúnmente utilizados en aplicaciones estructurales. Los resultados de la caracterización microestructural muestran que al aumentar la densidad, el tamaño de los poros disminuye y su distribución mejora. Adicionalmente se determina que la ruta de procesamiento empleada no influye significativamente en los resultados finales.

ÁREA TEMÁTICA PROPUESTA: Fractura de Materiales Metálicos y Hormigón.

PALABRAS CLAVE: Tenacidad de Fractura, Acero Sinterizado, Alta Densidad.

1. INTRODUCTION

Sintered steels are increasingly applied because the low production costs in large series associated with the powder metallurgy (PM) processing route. This economic benefit is granted by a near net shape and low raw material loss. In recent years, with the advent of emerging processing technologies as well as an attendant increase in material reliability, the use of PM steels has been also growing into applications that imply higher operating stresses, either static or cyclic. This is particularly true for high-density sintered steels, materials for which information and documentation on microstructure – mechanical properties relationships may still be considered scarce.

Mechanical properties of sintered materials are influenced by several factors, being density level and internal structure of pores two of the most important ones [1,2]. It is widely known that density has a dramatic effect upon mechanical behaviour [1-9]. Regarding fracture toughness-strength correlation for sintered steels, a literature review reveals significant differences in their behaviour when compared with homogeneous materials. While in wrought materials an inverse relationship of toughness with yield stress is well established; in PM materials a positive correlation between fracture toughness and density is usually reported [4,10-14], being this performance a significant structural advantage once the accompanying

improvement in tensile properties by density is accounted. These previous studies have found the referred tendency to be valid up to relative densities of about 94% when it is expected that behaviour of sintered steels become similar to that exhibited by fully dense materials.

It is the aim of this study to asses the relationship between fracture toughness and tensile properties in PM steel at high-density levels in order to explore whether this advantageous performance trend is maintained up to density levels closer to free-porosity materials.

2. EXPERIMENTAL PROCEDURE

Material evaluated is a Fe-4.0Ni-1.5Cu-0.5Mo-0.5C alloy processed by different routes. Three different lubricants were used. Both cold compaction (CC) and warm compaction (WC) were employed. Six densities were achieved combining different mixes and processing routes, as summarized in Table 1. The higher-level densities were reached using warm compaction and double pressing-double sintering process (2P2S - WC). In 2P2S routes, the first sintering was performed at 800°C for 20 min and the second one at 1120°C for 30 min. These latter conditions were also used in single-pressing-single-sintering (1P1S) routes. In all cases, sintering was carried out in a H₂-N₂ atmosphere.

Two different types of test pieces were compacted and sintered: tensile specimens with a “dog-bone” geometry and fracture toughness samples with a prismatic geometry (10x5x55mm) for testing under three-point bending.

Density was determined by recourse to Archimedes principle. Metallographic specimens of all tested materials were analyzed to evaluate pore structure, shape and distribution using a conventional image analysis system. Tensile tests were conducted in a servohydraulic testing machine at a cross head displacement speed of 1 mm min⁻¹. Strain was measured using a 25-mm extensometer. The 0.2% offset yield stress (YS) and the ultimate tensile stress (UTS) were determined. Loading direction was perpendicular to the pressing one. Fracture toughness was tested by mode I crack opening in a three-point bending test in accordance with the standard procedure ASTM E-399. Crack initiating slots were made by machining. Fatigue precracks were grown up to $0.45 \leq a/W \leq 0.55$ (a is crack length and W is height of test piece) using a resonance testing machine at working frequencies about 100 Hz. Final fracture was generated by driving the central loading point at 100 N seg⁻¹; while crack opening displacement was measured using a clip gauge. Fracture surfaces were examined using a scanning electron microscope.

3. RESULTS AND DISCUSSION

Density and porosity

As expected, mixes processed by 2P2S showed higher densities, 0.2 g/cm³ in average, than those processed by 1P1S with identical lubricant (see Table 1). Regarding compaction route, WC samples exhibit improved densities in comparison with the CC ones. Heating during compaction in WC routes reduces the yield stress of the powder particles. As a consequence, particle deformation is enhanced and more densification is achieved.

#	Base Powder	Lubricant	Compaction Route	Sintering Temp. [°C]	Density [g/cm ³]
1	Distaloy AE + 0.5%C	0.6% Wax	1P1S - CC	1120 °C	7.22
2			2P2S - CC	800 / 1120 °C	7.40
3	Densmix + 0.5%C	Admixed	1P1S - WC	1120 °C	7.29
4			2P2S - WC	800 / 1120 °C	7.51
5	Distaloy AE + 0.5%C	0.58%PE + 0.02% Ad	1P1S - WC	1120 °C	7.25
6			2P2S - WC	800 / 1120 °C	7.48

Table 1. Materials and processing routes evaluated.

Optical micrographs revealed differences in porosity morphology in terms of pore size, shape and distribution (figure 1). Image analysis of the pore distribution (for pores whose equivalent area was higher than 25 μm²) points out that they tend to be more clustered at lower densities. Within the higher density level, pores appeared to be smaller (figure 2a) and more homogeneously distributed. Hence, average distance between pores (neck size) increases with density (figure 2b). In general, as pore size decreases the corresponding pore shape becomes slightly more spherical.

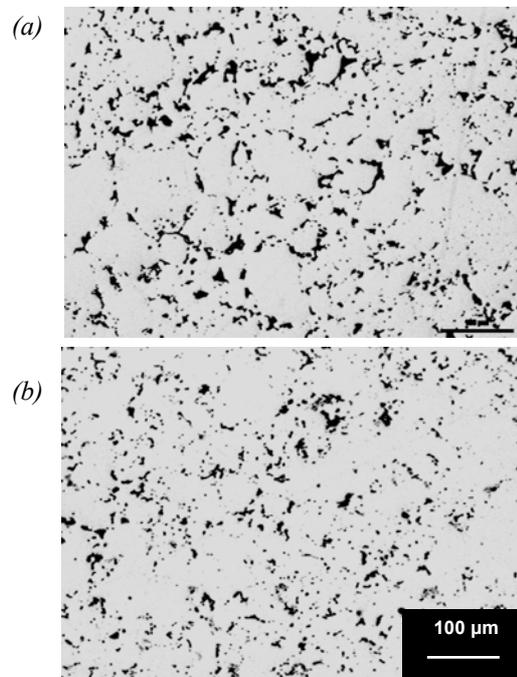


Figure 1. Typical porosity in (a) material 5, $\rho = 7.29$ g/cm³; (b) material 6, $\rho = 7.51$ g/cm³.

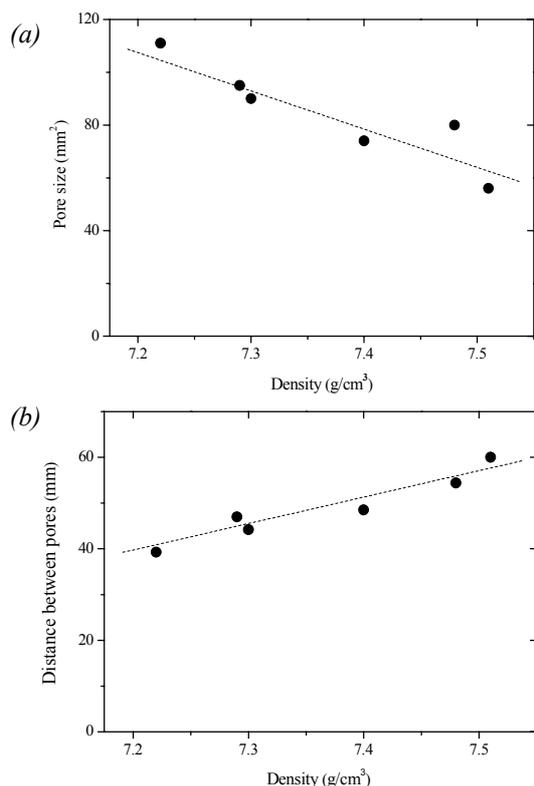


Figure 2. Porosity morphology as a function of density (a) pore size; (b) distance between pores.

Tensile properties

The average yield and ultimate tensile stresses were found to increase with density as shown in Fig. 3. The relationship observed between tensile properties and density is roughly linear. From the results, it may be indicated that the measured properties are independent of the processing routes by which similar densities are achieved, in agreement with previous works reported in the literature [13,15].

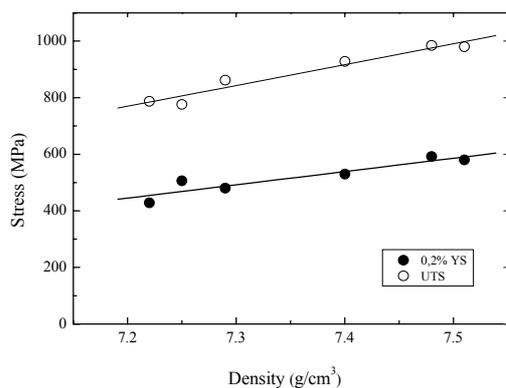


Figure 3. Effect of density on tensile properties.

Regarding density effects on strength, it may be estimated that every 0,1 g/cm³ rise in density approximately results in a 48 and 77 MPa increase in YS and UTS, respectively.

Attempting to rationalize the strength-density dependence, relative strength increment, $\Delta\sigma/\sigma$, was calculated for each processing route studied and compared with $\Delta\sigma/\sigma$ estimated by just accounting effective load-bearing section (determined assuming spherical pores [16]). The results (see Table 2) clearly indicate that the enlargement of the cross-sectional area by reduction in porosity does not fully explain the correlation. Yield stress values are higher than expected, and strain hardening as well as notch strengthening effects at the microstructural scale (e.g. refs. [17,18]) are speculated to be possible reasons for this discrepancy. Such a rationalization is based on the fact that the interpore regions, where plastic deformation takes place, may be regarded as a set of small circumferentially notched specimens [10] and notched samples of ductile materials endure higher stresses as a consequence of the triaxiality of the stress state in front of the notch root which constrains the plastic deformation.

Processing Route	Materials	$\Delta\rho$ [g/cm ³]	$\Delta\sigma_y/\sigma_y$ experimental [%]	$\Delta\sigma_y/\sigma_y$ estimated [%]
A	1 → 2	0.18	23.8	6.0
B	3 → 4	0.22	20.8	7.6
C	5 → 6	0.23	17.0	8.0

Table 2. Relative Yield Stress increment for each processing route studied.

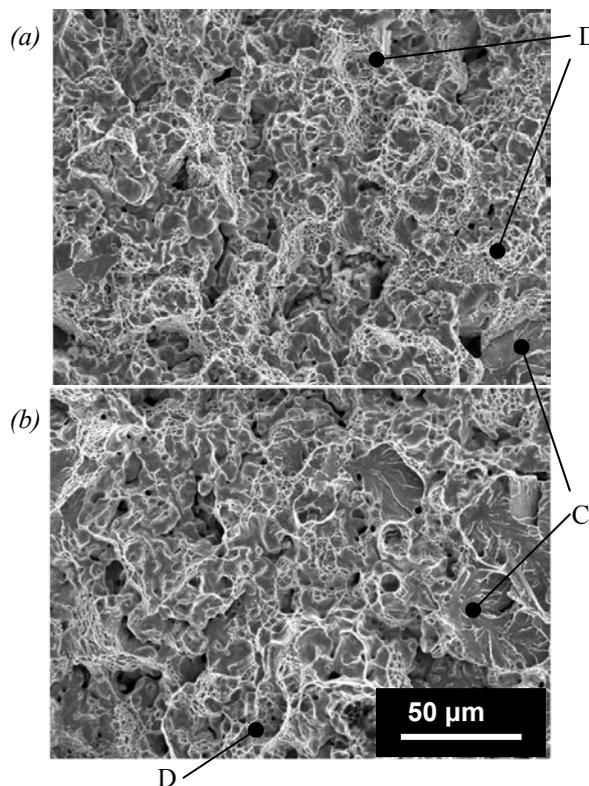


Figure 4. SEM micrograph showing dimples (D) and cleavage (C) on the fracture morphology of (a) material 1 ($\rho = 7.22$ g/cm³) and (b) material 4 ($\rho = 7.51$ g/cm³).

From this perspective, it should be noted that fracture is observed to occur by appreciable plastic deformation of sintered necks, as reflected by the ductile nature of the fractographic features of these load bearing units, i.e. dimples resulting from microvoid coalescence (Figure 4a). Nevertheless, as density rised, transgranular particle fracture was also found to take place (Figure 4b) indicating the increasing role played by the intrinsic microstructure of sintered steels as porosity is reduced.

Fracture Toughness

Table 3 gives fracture toughness data and also the results of the validation criterion a and $B > 2.5 (K_Q/\sigma_y)^2$ where a is the crack length, B is the specimen thickness, K_Q is the fracture toughness and σ_y is the yield stress. Also the precrack length was checked to be within $0.45 \leq a/W \leq 0.55$ and maximum load F_{max} of the crack opening displacement-load curve to be lower than 110% of F_Q . All data are the average of at least four samples.

#	Sintered Density [g/cm ³]	Yield Stress σ_y [MPa]	Fracture Toughness, K_Q [MPa m ^{1/2}]	$2.5 (K_Q/\sigma_y)^2$ [mm]	F_{max}/F_Q	a/W
1	7.22	428	27.50	10.32	1.29	0.475
2	7.40	530	32.30	9.28	1.20	0.491
3	7.29	480	28.50	8.81	1.25	0.480
4	7.51	580	34.10	8.64	1.18	0.478
5	7.25	506	31.60	9.75	1.13	0.496
6	7.48	592	36.70	9.60	1.15	0.470

Table 3. Results and validation criteria of fracture toughness tests.

Tests results failed to fulfil the plane-strain criteria required for valid K_{IC} measurement in all the cases. A number of researchers have found the same problem [e.g refs. 12,19]. Taking into consideration that fracture in sintered steels is a successive rupture of sintering necks, the thickness requirement can be neglected because the constraint on plastic flow is defined by the pore spacing rather than the specimen thickness. However, the ratio F_{max}/F_Q is difficult to remain lower than 1.1 in sintered steels, especially at lowest density levels where ductile nature of sintering necks fracture is dominant. Figure 5 shows typical load-crack opening displacement curves for three density levels which provide evidence of an excessive plastic deformation before fracture.

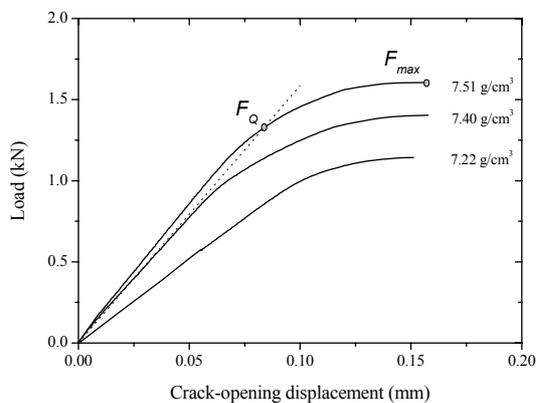


Figure 5. Load-crack opening displacement curves.

Furthermore, crack growth front was found to be nearly straight for all samples (as shown in figure 6), a finding in agreement with the idea of fracture toughness being independent of specimen dimensions for sintered steels [5,19]. This experimental fact would indicate that for sintered steels, although all ASTM requirements for a valid plane-strain result are not satisfied, K_Q may be used as a good estimate to evaluate fracture behaviour.

Within this framework, the experimental data here attained was compared in terms of a crack growth resistance parameter, K_Q , defined in accordance to ASTM standard E-399.

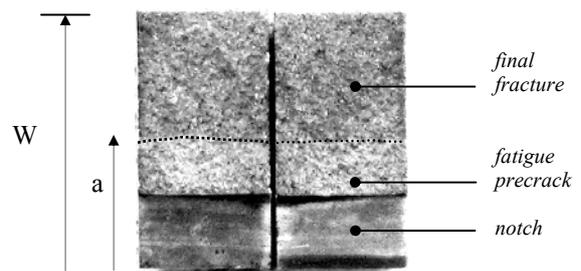


Figure 6. Fracture surface showing a nearly straight precrack front; a crack length; W specimen height.

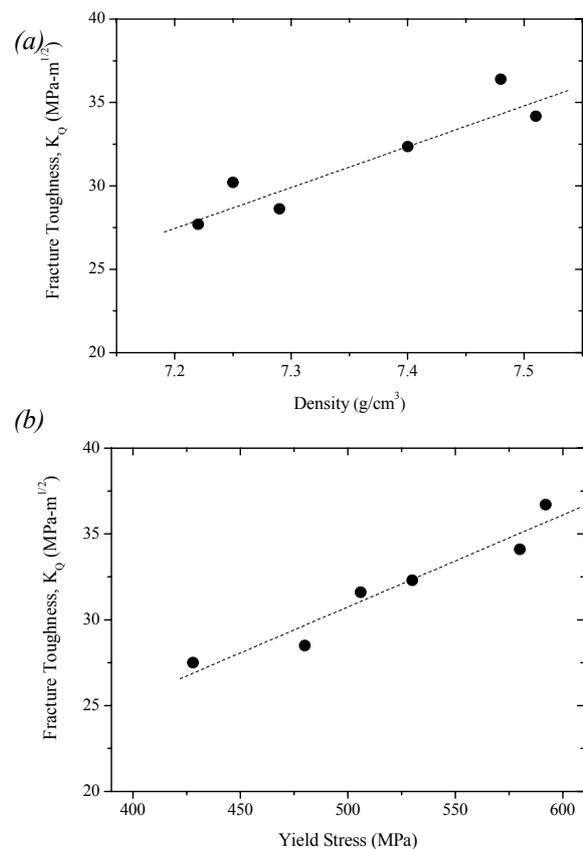


Figure 7. Relationship of fracture toughness with (a) density, and (b) yield stress.

Fracture toughness-like values, K_{Ic} , raised as the density was increased from 7.22 to 7.51 g/cm³. From figure 7a, a linear relationship between fracture toughness and density can be outlined. Such a trend is similar to the one discerned between yield strength and density and allows one to clearly state that the advantageous and well-established direct correlation between strength and toughness for low- and mid-density sintered steels can be extended into the high density regime, at least up to 7.50's g/cm³ values (Figure 7b). Hence, it may be pointed out that, even under quite reduced porosity conditions, enhanced plastic deformation at sintering necks is still significant enough to continuously shield crack growth. On the other hand, yield strength rises because the high effective load bearing section associated with increasing mean distance between adjacent pores and the notch effect of pores.

4. CONCLUSIONS

The tensile properties and fracture toughness of sintered steels of composition Fe-4.0Ni-1.5Cu-0.5Mo-0.5C over a high-density range was investigated. The following conclusions can be drawn:

1. The mechanical properties evaluated increased linearly with sintered density, regardless of the processing route followed for achieving a given density level.
2. Fracture toughness exhibits a continuous increment with yield stress even at high-density levels, which is a remarkable advantage of PM over their dense counterparts.
3. The above experimental findings are directly related to the still ductile character of the sinter necks, even for sintered densities as high as 7.50 g/cm³.

ACKNOWLEDGEMENTS

This investigation was supported by MCYT under grant Profit 0300000-2003-63 and by CDTI under grant 03-0369. Technical assistance provided by Dr. Y. Torres is gratefully acknowledged. One of the authors (J.B.) would like to express his gratitude to COLCIENCIAS and Universidad del Norte (Colombia) for the Ph.D. scholarship.

REFERENCES

- [1] Hadrboletz, A. and Weiss, B., *Fatigue Behaviour of Iron Based Sintered Materials: A Review*. International Materials Review, 42 (1997) 1-44.
- [2] German, R., *Powder Metallurgy of Iron and Steel*. Wiley & Sons, Inc., New York (1998).
- [3] Salak, A., Miskovic, V., Dudrova, E. and Rudnayova, E., *The Dependence of Mechanical Properties of Sintered Iron Compacts upon Porosity*. Powder Metallurgy International, 6 (1974) 128-132.
- [4] Ingelström, N. and Ustimenko, V., *The Influence of Porosity and Carbon Content on the Fracture Toughness of Some Sintered Steels*. Powder Metallurgy, 18 (1975) 303-323
- [5] Fleck, N.A. and Smith, R.A., *Effect of Density on Tensile Strength, Fracture Toughness and Fatigue Crack Propagation Behaviour of Sintered Steel*. Powder Metallurgy, 3 (1981) 121-125.
- [6] Christian, K. and German, R., *Relation between Pore Structure and Fatigue Behavior in Sintered Iron-Copper-Carbon*. Research & Development, 31 (1995) 51-61.
- [7] Beiss, P. and Dalgic, M., *Structure Property Relationships in Porous Sintered Steels*. Materials Chemistry and Physics, 67 (2001) 37-42.
- [8] Bris, J., Benitez, F., Anglada, M., Calero, J.A. and Llanes, L., *Warm Compaction Effects on the Mechanical Behaviour of Sintered Steels*. Proceedings of Euro PM2004, Vol. 3 (2004) 61-66.
- [9] Chawla, N. and Deng, X., *Microstructure and Mechanical Behaviour of Porous Sintered Steels*. Materials Science and Engineering A, 390 (2005) 98-112.
- [10] Navara, E. and Bengtsson, B., *Fracture Toughness of P/M Steels*. Int. Journal of Powder Metallurgy & Powder Technology, 20 (1984) 33-43.
- [11] Ke, Y.B., Cotterell, B. and Boswell, K., *Fracture Parameters for Sintered Steels*. Journal of Materials Science, 23 (1988) 2965-2970.
- [12] Philips, R.A., King, J.E. and Moon, J.R., *Fracture Toughness of Some High Density PM Steels*. Powder Metallurgy, 43 (2000) 43-48.
- [13] Peacock, S. and Moon, J.R., *Strengths and Toughnesses of Some PM Steels Consolidated by Rotary Forging and Sintering*. Powder Metallurgy, 43 (2000) 49-55.
- [14] Straffelini, G., *Impact Fracture Toughness of Porous Iron and High-Strength Steels*. Metallurgical and Materials Transactions A, 31A (2000) 1443-1451.
- [15] Sonsino, C.M. and Razzi, R., *Warm Powder Compaction Substitutes Conventionally Double Pressed and Double Sintered Synchronizer Hubs*. Powder Metallurgy, 47 (2004) 352-357.
- [16] Rice, R.W., *Comparison of Stress Concentration versus Minimum Solid Area Based Mechanical Property-Porosity Relations*. Journal of Materials Science, 28 (1003) 2187-2190.
- [17] D'Armas, H., Llanes, L., Peñafiel, J., Bas, J. and Anglada, M., *Tempering Effects on the Tensile Response and Fatigue Life Behavior of a Sinter-Hardened Steel*. Materials Science and Engineering A277 (2000) 291-296.
- [18] Straffelini, G., *Strain Hardening Behaviour of Powder Metallurgy Alloys*. Powder Metallurgy, 48 (2005) 189-192.
- [19] Ganesan, P., Domsa, S. and Beiss, P., *Fracture Toughness of PM Alloy Steels*. Powder Metallurgy, 48 (2005) 323-328.

CORROSIÓN DE ARMADURAS GALVANIZADAS EXPUESTAS A SOLICITACIONES FÍSICO-MECÁNICAS

C. Alonso¹, F. J. Recio¹, M. Sánchez¹, D. Reaney¹, J. Fulla¹

¹ Departamento de Química-Física de los Materiales, Instituto de Ciencias de la Construcción “Eduardo Torroja” (IETcc), CSIC, C/ Serrano Galvache, 4, 28033-Madrid, España.

E-mail: mcalonso@ietcc.csic.es

Tfno: 91 302 04 40 Ext. 288. Fax: 91 302 07 00

RESUMEN

Las armaduras galvanizadas se emplean como método de protección adicional para incrementar la vida en servicio de estructuras expuestas a ambientes de elevada agresividad. La capa intermetálica Fe/Zn que se forma sobre la armadura durante el proceso de galvanización actúa como barrera que aísla a la armadura de acero y la protege de la corrosión. Si el acero queda directamente expuesto al medio, el zinc debe protegerle actuando como ánodo de sacrificio. Cuando el fallo del recubrimiento galvanizado está asociado a solicitaciones mecánicas en las que el acero base está sometido a tensión, se inducen cambios en la cinética de corrosión del galvanizado. Los ensayos realizados en este trabajo han permitido identificar el tipo de fallo de adherencia y rotura del recubrimiento galvanizado en condiciones de tensión en función del diámetro de la armadura y como se llega a incrementar la cinética de corrosión del galvanizado hasta un orden de magnitud, inducida por el par galvánico Fe/Zn y acelerada por la deformación inducida por la tensión mecánica a la que está expuesta el material.

ABSTRACT

Galvanized rebars are being employed as additional protection method to increase the service life of concrete structures exposed to aggressive environments. The intermetallic Fe/Zn layers formed during the galvanizing process, act as physical barrier that protects the base steel. Furthermore, in small areas where the galvanized layer fails and the steel is directly exposed to the aggressive media, the zinc is able to maintain the protection of the bare steel acting as sacrificial anode. The aim of this work is to identify the loss of bonding of the galvanized coating due to external loads in function of the rebar diameter and the effect in the corrosion resistance of the coating. A failure of the galvanic coating increases the corrosion rate up to one order of magnitude, due to the galvanic Fe/Zn action and contribution of the deformation induced by the external load.

PALABRAS CLAVE: armadura galvanizada, resistencia de polarización, tensiones mecánicas.

1. INTRODUCCIÓN

El empleo de armaduras galvanizadas es un método de protección cuyo fin es alargar la vida en servicio cuando las estructuras de hormigón armado quedan expuestas a ambientes agresivos con cloruros o riesgo de carbonatación dentro de su tiempo estimado de vida útil [1]. En el caso de la armadura galvanizada se retarda el inicio de la corrosión y en la fase de propagación se reduce el riesgo de figuración y delaminación del hormigón debido al carácter menos voluminoso de los óxidos de zinc [2].

Se están empezando a recoger en algunas normas [3][7] especificaciones para armaduras galvanizadas, como requisitos del proceso de galvanización, características del revestimiento etc. La normativa española, sin embargo aún no las contempla. Tampoco

existe normativa específica para determinar la adherencia del recubrimiento galvanizado al acero base.

Precisamente, una de las mayores preocupaciones en el uso de las armaduras galvanizadas es el agrietamiento de la capa de zinc cuando la armadura se somete a un proceso de doblado. Este agrietamiento puede tener como consecuencia la figuración y pérdida de adherencia de la capa galvanizada al sustrato, que puede llegar a afectar a la protección de la armadura de acero [8].

En una armadura galvanizada convencional, la capa de galvanizado está constituida por varias capas aleadas de distinta composición, cada una de las cuales presenta una estructura cristalina diferente y por tanto, distinta dureza, ductilidad y características mecánicas [9].

Algunas investigaciones en cuanto a resistencia al doblado de armaduras galvanizadas indican que el riesgo de agrietamiento y pérdida de adherencia al acero base de la capa galvanizada dependen del diámetro de la armadura [8]8-10]. Sin embargo, el ángulo de doblado y el espesor de la capa galvanizada son parámetros que influyen en la intensidad del agrietamiento, así como en la anchura de las grietas [10],[11].

El efecto que el agrietamiento de la capa de galvanizado tiene en la durabilidad de la armadura no se conoce suficientemente para estructuras de hormigón expuestas a ambientes agresivos. Algunos estudios consideran que la creación de pares galvánicos entre la armadura de acero y el revestimiento galvanizado puede llevar asociado un aumento del riesgo de corrosión de la armadura en presencia de cloruros, aunque no se ha llegado a cuantificar la aceleración del deterioro [12].

En el presente trabajo se ha estudiado el daño sufrido por el recubrimiento galvanizado como consecuencia del doblado y su influencia en el comportamiento frente a la corrosión de armaduras galvanizadas dobladas expuestas a medios alcalinos con y sin cloruros.

2. EXPERIMENTAL.

2.1. Ensayos de doblado.

Para llevar a cabo este estudio se han empleado barras de acero (tipo B-500S) de distintos diámetros (8, 16, 25 mm) sometidas a un proceso de galvanización, descrito en trabajos previos [8]. En la figura 1 se ha incluido una fotografía de una armadura galvanizada de 25 mm de diámetro tras el ensayo de doblado.



Figura 1. Imagen de una armadura galvanizada doblada de 25 mm de diámetro.

Dada la falta de normativa específica para este tipo de ensayos, el doblado de las barras, para crear zonas de

tensión mecánica, se llevó a cabo según la norma UNE 36-068-94, “Barras corrugadas de acero soldable para armaduras de hormigón armado”, apartado 10.3, “ensayo de doblado-desdoblado”. El ángulo de doblado fue de $90^\circ \pm 5^\circ$.

2.2. Inspección de daños por efecto del doblado en la armadura galvanizada.

Se han empleado técnicas microscópicas (microscopía óptica y microscopía SEM) y lupa estereoscópica para estudiar la microestructura del revestimiento galvanizado, espesor de capas y composición, y el daño inducido por el doblado, crecimiento y propagación de fisuras. En la zona de máxima tensión de doblado se tomaron muestras de la armadura galvanizada, que se cortaron transversal y longitudinalmente y se embutieron en moldes de resina. Posteriormente se pulieron con el fin de determinar el espesor, microestructura y composición del revestimiento galvanizado. Para la determinación de los espesores de la capa total y de las subcapas aleadas se empleó el sistema de medida “Metro Image Base”, acoplado al microscopio metalográfico.

2.3. Ensayos electroquímicos.

Para estudiar el comportamiento frente a la corrosión se tomaron armaduras galvanizadas, dobladas y rectas, en distintos medios agresivos que simulan el contenido de los poros del hormigón:

- a) Medio I: Ca(OH)_2 sat., pH 12.6.
- b) Medio II: Ca(OH)_2 sat. + KOH 0.2M, pH 13.2.
- c) Medio III: Ca(OH)_2 sat. + KOH 0.2M + 0.5M NaCl, pH 13.2.

La duración de los ensayos fue de 2 y 4 meses. Para las medidas de corrosión se empleó un electrodo de referencia Ag|AgCl saturado, como contraelectrodo una malla de acero inoxidable y como electrodo de trabajo se utilizó la armadura galvanizada. En todos los casos, el área de la armadura expuesta al medio fue de 19.2 cm^2 .

Las técnicas de medida fueron:

- a) Monitorización del potencial de corrosión, E_{corr} .
- b) Medida de la resistencia de polarización, R_p , a partir de la cual se estima la intensidad de corrosión, i_{corr} .

3. RESULTADOS Y DISCUSIÓN

3.1. Microestructura de las armaduras galvanizadas. Efecto del diámetro.

A partir del corte transversal de la armadura galvanizada, se ha identificado la capa de galvanizado mediante microscopia SEM, pudiéndose distinguir las distintas capas aleadas Fe/Zn que la constituyen (figura 2).

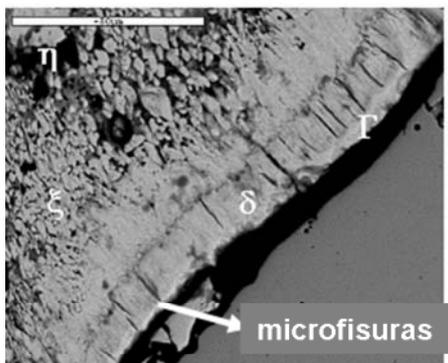


Figura 2. Microscopia SEM (x500) en la que se pueden distinguir las capas aleadas (eta, zeta, delta, gamma).

Tanto el espesor total de la capa galvanizada como el espesor de las subcapas aleadas varían con el diámetro de la armadura (tabla 1).

Capa aleada	Espesor (μm)		
	8 mm ϕ	16 mm ϕ	25 mm ϕ
Gamma (Γ)	8 \pm 3	7 \pm 1	5 \pm 1
Delta (δ)	20 \pm 4	29 \pm 6	18 \pm 2
Zeta (ξ)	91 \pm 8	140 \pm 15	128 \pm 2
Eta (η)	15 \pm 2	48 \pm 15	16 \pm 1
Capa total	161 \pm 11	225 \pm 12	142 \pm 7

Tabla 1. Espesor de las distintas capas aleadas identificadas para armaduras de acero galvanizado en la zona situada entre corrugas (zona valle), así como el espesor de la capa total de galvanizado.

El espesor total de la capa de galvanizado en la armadura de 16 mm de diámetro es superior al de los otros dos diámetros. Una posible justificación a este hecho, podría estar relacionada con diferencias en la geometría de la corruga, en la composición del acero o en la microestructura de la superficie de esa armadura, que podrían estar variando su reactividad en el baño de galvanización.

Las mayores diferencias de espesor para los distintos diámetros se observan en las capas aleadas más externas (Eta (η) y Zeta (ξ)). Se han detectado espesores mayores de capa Eta (η) constituida por zinc puro, en la zona valle de corruga respecto a lo alto de la corruga. Este hecho estaría asociado con una mayor acumulación de zinc en esta zona de la armadura, que suaviza la pendiente de la corruga, aunque variable según el diámetro de la armadura. La composición química de las distintas capas aleadas no cambia con el diámetro de la armadura galvanizada. [8].

En la figura 2 también se observa la presencia de microfisuras en la capa Delta (δ), que en algún caso pueden crecer hasta llegar a atravesar la capa Gamma (Γ) e incluso alcanzar la capa Zeta (ξ). Estas microfisuras aparecen en todos los diámetros de armadura galvanizada ensayados y pueden contribuir a fallos de adherencia del galvanizado como consecuencia de la tensión de doblado. En las capas más externas se han detectado otro tipo de defectos, con geometría esférica, más abundantes al aumentar el diámetro de la armadura. Este tipo de defectos afectan a la compacidad y densidad de las capas aleadas, y pueden ser puntos débiles para el crecimiento preferencial de fisuras en el doblado.

3.2. Respuesta mecánica frente al doblado.

La observación visual de las armaduras dobladas permitió identificar la zona convexa como la zona de máxima tensión, sometida a tensión de tracción, donde se concentraban los daños, mientras la zona cóncava queda sometida a fuerzas de compresión. En la figura 3 se ha incluido un ejemplo de armadura galvanizada doblada en la que se puede observar, en la zona de máxima tensión, la presencia de fisuras que recorren transversalmente la superficie de la capa galvanizada. Estas grietas, detectables visualmente, se distribuyen sobre todo en zonas de valle y pie de corruga.

Además se ha podido comprobar que los mayores daños en el recubrimiento como consecuencia del doblado se producen en las armaduras de 8 mm de diámetro, observándose fallos de adherencia y desprendimiento de capa galvanizada, contrariamente a lo indicado por otros autores, posiblemente el tipo de acero y de galvanizado expliquen estas diferencias [9].

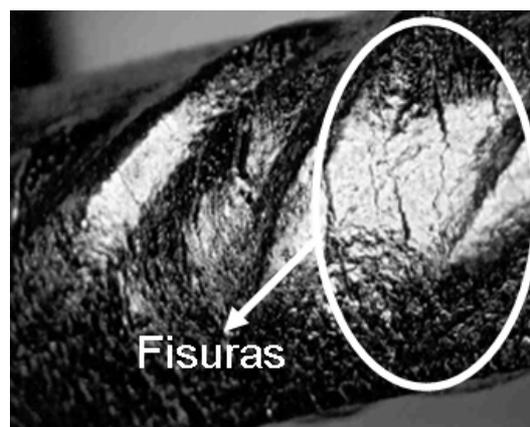


Figura 3. Fotografía de los daños observados mediante lupa (1x2.5) en la zona entre corrugas de una armadura de 8 mm ϕ tras el doblado. Fisuración del galvanizado.

A nivel de microestructura se observa que las fisuras se inician en la subcapa delta tomando como origen la microfisuración pre-existente en esta capa, como se

aprecia en la figura 4. Estas fisuras se propagan generalmente a través de la capa zeta hasta acceder a la superficie. En algún caso pueden crecer longitudinalmente a la capa delta.. Se confirma a sí que las microfisuras generadas durante el proceso de galvanización, ya sea durante el crecimiento de las capas aleadas o durante el enfriamiento se convierten en núcleos de concentración de tensiones y favorecen el fallo del recubrimiento galvanizado. Aunque en la literatura no se ha encontrado referencia a este tipo de microfisuras deberían cuidarse desde la fase de galvanización

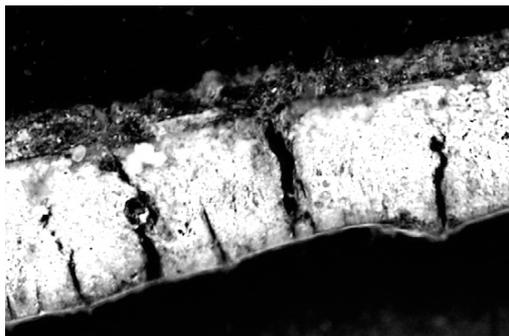


Figura 4. Daños en la capa galvanizada con microscopia metalográfica en armadura de 25 mm ϕ tras el doblado (x200).

3.3. Influencia del daño por doblado en la corrosión de la armadura.

El efecto del daño por doblado en la durabilidad del recubrimiento galvanizado debe considerarse desde dos perspectivas: 1) influencia del pH alcalino del hormigón en el que el Zinc es inestable. 2) La acción sinérgica del pH alcalino y la presencia de cloruros.

3.3.1. Influencia del pH.

En la figura 5 se ha recogido la evolución de la intensidad de corrosión de armaduras galvanizadas de 8 mm de diámetro, rectas y dobladas, en las disoluciones I y II.

Para el elevado pH de la disolución acuosa de los poros, Pourbaix [13] predice una rápida disolución del zinc con evolución de hidrógeno al registrarse potenciales de corrosión más negativos que el potencial de descarga de hidrógeno (-1 V_{SCE}). A este proceso está asociado las altas velocidades de corrosión medidas durante las primeras horas de contacto con el medio alcalino, indicado en la figura 5, pero que depende en gran medida del pH y contenido en calcio en el medio [13], [13].

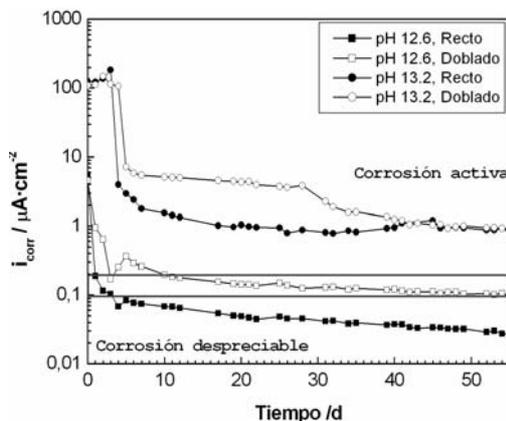


Figura 5. Evolución de la intensidad de corrosión en función del pH de la disolución.

Sin embargo, la presencia de iones calcio en la disolución, favorece la formación de cristales de hidroxizincato de calcio (CaHZn), que van a pasivar la armadura, con evolución del potencial de corrosión a valores más anódicos, por encima de 1 V_{SCE}. En el medio I, la superficie se cubre totalmente de cristales de CaHZn. [15], y la intensidad de corrosión se estabiliza por debajo de 0.1 $\mu\text{A}\cdot\text{cm}^{-2}$. En el medio II, no llega a alcanzarse la pasivación, debido al menor contenido de iones Ca^{2+} en la disolución que dificulta la formación de la capa de CaHZn [15].

Las armaduras dobladas registran un comportamiento más activo, probablemente relacionado con la aparición de pilas galvánicas Zn/Fe en el interior de las grietas, al entrar las subcapas aleadas en contacto con el electrolito. A su vez, la deformación generada en la capa galvanizada como consecuencia del doblado puede estar acelerando las cinéticas de corrosión, ya que puede provocar la generación de vacantes y de zonas de menor energía, más susceptibles de sufrir corrosión [16].

En la figura 6 se incluye una fotografía de la armadura galvanizada doblada tras haber estado inmersa durante 4 meses en una disolución alcalina de pH 13.2 y en ausencia de cloruros. Puede comprobarse como las fisuras que se observaban antes de la inmersión han aumentado en anchura y profundidad respecto a la situación inicial, figura 3.

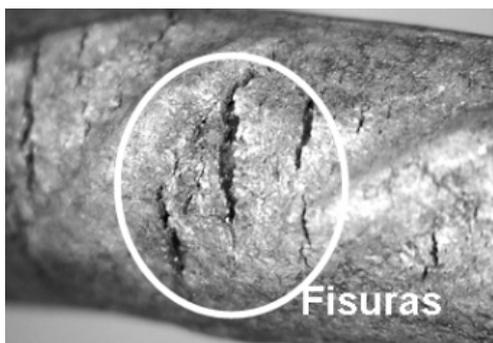


Figura 6. Fotografía de los daños observados mediante lupa (aumentos 1*2.5) en la armadura galvanizada doblada tras la inmersión en el medio alcalino de pH 13.2 sin cloruros.

Este incremento de la actividad en la corrosión del galvanizado se manifiesta en ataques en la capa galvanizada.



Figura 7. Daños en la capa galvanizada doblada con microscopia metalográfica (x100) en armadura de 8 mm ϕ tras inmersión en pH 13.2 durante 4 meses. Corte longitudinal de la muestra.

En la figura 7 se puede ver ataque preferencial de los labios de la fisura. La generación de una pila galvánica Zn/Fe favorece la disolución de las capas aleadas de las paredes de las grietas. De este modo, pueden quedar zonas del metal sin protección, que seguirían disolviéndose con cinéticas de corrosión altas, lo que explica las elevadas intensidades de corrosión registradas para las armaduras galvanizadas inmersas en este medio.

3.3.2. Efecto de la presencia de Cl⁻.

La presencia de cloruros provoca cinéticas de corrosión diversas, como se aprecia en la figura 8, más rápidas inicialmente, prolongándose el periodo de descarga de hidrógeno. Estas elevadas intensidades de corrosión llevarán a una oxidación más rápida de la capa de galvanizado. Sin embargo, en el galvanizado recto sin daños que dejen expuesto al acero base, la cinética de corrosión es incluso inferior a la ausencia de cloruros, en este caso el ataque es mas localizado, por picaduras

sobre la capa de galvanizado. Cuando además esta en funcionamiento el par Fe/Zn, caso del daño por doblado, al ataque localizado del cloruro hay que sumar el de la acción galvánica en la zona de fisuras. La velocidad de corrosión de las armaduras dobladas en ambos medios se estabiliza en valores similares ($1 \mu\text{A}\cdot\text{cm}^{-2}$).

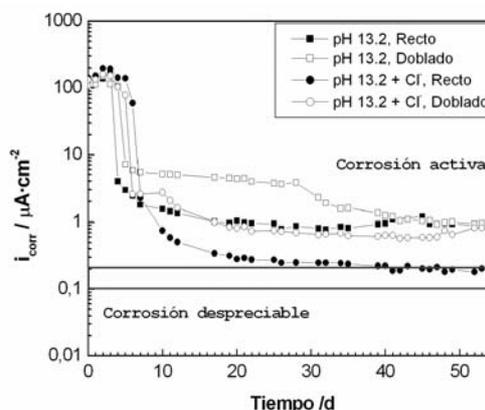


Figura 8. Evolución de la intensidad de corrosión de armaduras galvanizadas expuestas a medios fuertemente alcalinos en presencia y ausencia de cloruro.

En la figura 9 se aprecia el ataque localizado a recubrimiento galvanizado al que se solapa el ataque causado por el par galvánico Fe/Zn en las fisuras. Puede verse como la disolución de la capa Eta ha sido mayor en presencia de cloruros, y además, se ha producido la disolución de las capas aleadas, al entrar en contacto con el electrolito, aunque sin llegar a afectar al acero base.



Figura 9. Daños en la capa galvanizada doblada con microscopia metalográfica (x200) en armadura de 8 mm ϕ tras inmersión en pH 13.2 + 0.M Cl durante 2 meses. Corte transversal de la muestra.

4. CONCLUSIONES

A partir de los resultados obtenidos se han podido extraer las siguientes conclusiones:

- 1) El diámetro de la armadura galvanizada afecta al espesor de la capa galvanizada así como a los daños que ésta sufre como consecuencia del doblado. Así, al disminuir el diámetro de la armadura mayor es el daño sufrido por la capa galvanizada.
- 2) La generación de tensiones de tracción como consecuencia del doblado contribuye al desarrollo de grietas en la capa de acero, generadas a partir de microfisuras presentes en la capa galvanizada, producidas durante la galvanización. En armaduras de pequeño diámetro el daño causado por el doblado puede llegar a ser la pérdida de adherencia del revestimiento con el acero base.
- 3) El contacto con medios fuertemente alcalinos, como los del hormigón, de las armaduras galvanizadas dobladas, con daño en su capa galvanizada al estar sometidas a tensiones de tracción, incrementa la cinética de corrosión de las mismas respecto al caso de una armadura galvanizada sin daño. Las mayores cinéticas de corrosión estarían asociadas fundamentalmente a la generación del par galvánico Fe/Zn al entrar en contacto el medio con las capas aleadas más internas de la grieta.

AGRADECIMIENTOS

Los autores desean agradecer a la empresa INGALSA por su colaboración. M. Sánchez agradece al Ministerio de Educación y Ciencia la beca FPU, así como F. J. Recio la beca FPI.

REFERENCIAS

- [1] D. Manning, E. Escalante, D. Whiting, *Galvanized Rebar as a long term protective system*, Panel Report N° FHWA, DTFH61-82-P-300-30041-2/3, July, 1981.
- [2] S.R. Yeomans, *corrosion*, 50, 1 (1994) 72-81.
- [3] pEN-ISO-14657, "Reinforcing steel galvanized steel products", (draft).
- [4] ASTM A 767/A 767M-85, "Zinc-coated (galvanized) steel bars for concrete reinforcement", 1985.
- [5] AFNOR A35 - 024, "Concrete reinforcing steels", Dec. 1992.
- [6] UNI 10622, "Barre e vergelle (rotoli) di acciaio d'armatura per cemento armato, zincati a caldo", 1997.
- [7] Pr EN TC199/SC1/WG5, "Galvanized Steel products of reinforced concrete structures", Draft 2003.
- [8] C. Alonso, J. Fulla, F. J. Recio, M. Sánchez, R. Soldado, M. Bernal, P. Tierra, *INTERGALVA*, Nápoles, junio 2006.
- [9] S. R. Yeomans, *Galvanized steel reinforcement in concrete*, Elsevier, USA, 2004.

- [10] R. N. Swamy, *Galvanized steel reinforcement in concrete*, (Chp. 2). Edt. R. Yeomans, Elsevier, USA, 2004, pp. 31-69.
- [11] T. J. Langil, B. Dga, *Galvanized steel reinforcement in concrete*, (Chp. 4). Edt. R. Yeomans, Elsevier, USA, 2004, pp. 31-69.
- [12] T. Bellezze, R. Fratesi, "Study of Coupling Effect between Galvanized Steel and Black Steel Bars in reinforced Structures", *Proc. of European Corrosion Congress (Eurocorr 2003)*, Budapest, on CD support, 2003.
- [13] M. Pourbaix, *Lectures on electrochemical corrosion*, (Chp. 4). Plenum Press, London (1973) pp. 143.
- [14] C. Andrade and C. Alonso, *Galvanized steel reinforcement in concrete*, ed. S.R. Yeomans, Elsevier, (Chp. 5), (2004) 111-144.
- [15] A. Macías, C. Andrade, *Br. Corros. J.*, 22 (1987) pp. 113.
- [16] W. D. Callister, *Materials science and engineering: an introduction*, Ed. J. Wiley and Sons, New York (1991)

**EFFECT OF THE TEST CONDITIONS ON THE HOT DUCTILITY
AND FRACTURE MECHANISMS OF A C-Mn STEEL**

J. Calvo¹, J. M. Cabrera¹, A. Rezaeian², S. Yue²

¹ Departamento de Ciencia de los Materiales e Ingeniería Metalúrgica, ETSEIB, UPC
Av. Diagonal 647, 08028 Barcelona, España
e-mail : jessica.calvo@upc.edu, jose.maria.cabrera@upc.edu
Tfnos : 93 401 07 10, 93 401 10 97. Fax : 93 401 67 06

² Department of Mining, Metals and Materials Engineering, McGill University
M. H. Wong Building, 3610 University Street, Montreal, H3A 2B2, Canada

RESUMEN

El agrietamiento transversal en la superficie de algunos productos de colada continua es un problema que sigue teniendo una elevada incidencia y que depende en gran medida de la composición del acero. Para aceros procedentes del reciclaje de chatarra este problema se relaciona con la presencia de elementos residuales e impurezas tales como el Cu, Sn o S. Teniendo en cuenta que es previsible un aumento en el contenido de estos elementos a medida que el acero entre sucesivamente en el ciclo del reciclaje, es importante conocer los mecanismos de fragilización que éstos pueden inducir y determinar en qué condiciones pueden actuar. Para ello se escogió una calidad de acero industrial C-Mn con aproximadamente 0.5%Cu, 0.05%Sn y 0.02%S y que presenta problemas de agrietamiento superficial durante su colada continua en forma de palanquilla. Las condiciones termo-mecánicas a las que se pudo ver sometida la superficie de la palanquilla durante el proceso industrial se simularon mediante ensayos de tracción en caliente. La reducción de área (%RA) de las probetas una vez ensayadas se utilizó como parámetro para determinar las condiciones a las que el acero sería susceptible de presentar agrietamiento transversal. Los ensayos se llevaron a cabo para dos condiciones iniciales del material: en estado de colada, mediante probetas extraídas directamente de una palanquilla y en estado laminado, mediante probetas extraídas de varilla corrugada. Además, las probetas fueron sometidas a dos ciclos de austenización diferentes previos al ensayo, el primero comprendía un recalentamiento a 1100°C y el segundo a 1330°C. En términos generales se observa que el ciclo térmico no afecta significativamente a las curvas de ductilidad, a pesar de que las superficies de fractura muestran diferentes mecanismos de daño. Sin embargo, la condición inicial del material tiene una influencia más marcada en las curvas de ductilidad, dándose pozos de ductilidad más estrechos cuando el acero ha sido previamente laminado. El comportamiento del acero en función del ciclo térmico se relaciona con el efecto que éste puede tener en las segregaciones de las diferentes especies, principalmente el S y el Sn, mientras que las diferencias en las curvas de ductilidad que supone la variación en la condición inicial del material estarían más relacionadas con la morfología y distribución de los sulfuros dentro del material.

ABSTRACT

Transverse cracking on the surface of some strands is a problem related to the straightening operation of continuous casting that widely depends on the steel chemical composition. For those steels produced by scrap recycling, transverse cracking is related to the presence of residual elements and impurities such as Cu, Sn or S in its composition. These elements, which can not be easily removed, increase their content as steel re-enters the recycling cycle. Therefore, it is important to know the embrittlement mechanisms, related to the presence of residual elements and impurities, which can deteriorate the ductility of steel. In this work, a structural C-Mn steel with 0.23%C, 0.9%Mn, 0.5%Cu, 0.05%Sn and 0.02%S was studied. This steel grade is susceptible to transverse cracking on its surface during billet continuous casting. The hot tensile test was used to simulate the thermo-mechanical conditions experienced on the surface of the strand during the straightening operation. The reduction in area (%RA) of the samples tested to fracture was taken as a measure of the ductility and thus, of the susceptibility to present transverse cracking. Tests were carried out under two different initial microstructures, i.e. as-cast and as-rolled condition. Moreover, the samples underwent two different reheating temperatures of 1100°C and 1330°C previous to the test. The results showed similar ductility curves for samples tested after different reheating temperatures, even though the fracture features changed. On the other hand, the initial microstructure of the material had a strong effect on the ductility curve, the as-rolled structure promoting a narrower ductility trough. The hot ductility behaviour of the steel as a function of the thermal cycle was found to be related to its effect on the segregation patterns of the S and Sn. The differences introduced by the initial microstructures can be explained in terms of the morphology and distribution of the sulphides.

THEMATIC AREA: Metallic Materials Fracture.

KEYWORDS: C-Mn steel, continuous casting, hot ductility, residual elements, fractography.

1. INTRODUCTION

Transverse cracking in the surface is a problem related to the continuous casting steelmaking process. During the straightening operation, the top surface of the slab is tensile tensioned at temperatures and strain rates at which most steels present poor ductility [1]. The susceptibility to transverse cracking depends on operational conditions as well as on the chemical composition of the steel being produced.

Steel grades produced from scrap recycling have high residual elements and impurities contents [2]. It has been shown that residuals, which can not be easily removed from the steel, impair the hot ductility of steels. By increasing the recycling tendency of steel products in the future, the problems related to residual elements will become more serious and therefore it will necessary to determine the conditions under which these elements participate in embrittlement mechanisms.

The hot tensile test is a useful method to simulate the thermo-mechanical conditions on the surface of the strand during the straightening operation in continuous casting. Optimal testing conditions have been set to evaluate the hot ductility of microalloyed steels, but these testing conditions need to be reviewed to guarantee a correct evaluation of the hot ductility of steels containing residual elements since they promote different embrittling mechanisms. Their embrittling effect is mostly related to their tendency to segregate both to interdendritic spaces during the solidification of the steel or to grain boundaries under certain thermal conditions.

In this work, the effect of different reheating temperatures, 1100°C and 1330°C, as well as different initial conditions of the material, as-cast and as-rolled, on hot ductility have been compared for a C-Mn steel with high residual and impurities contents.

2. EXPERIMENTAL METHOD

The study has been carried out on an industrial C-Mn steel with high residual elements level, especially Cu and Sn. Its hot ductility has been evaluated for two initial conditions of the material, the as-cast and the as-rolled. In the as-cast condition the samples were machined directly from the billet with their longitudinal axe parallel to the casting direction. This steel will be referred in the text as steel A1. In the as-rolled condition the samples were machined from the final product that was a corrugated bar, referred as steel A2. The chemical composition of the steels has been shown in table 1; as can be seen their composition is very similar. They have high amount of Cu and no enough Ni has been added to alleviate its negative effect. The amounts of Sn and S are also relatively high.

The tensile specimens were cylindrical with 9.5 mm in diameter and 125 mm in length. Previous to the hot

tensile tests the samples followed an austenitizing thermal cycle that consisted on a reheating at 1100°C or at 1330°C for 5 minutes. Both thermal schedules are outlined in Figure 1. The reheating at 1100°C induced a grain size of 67µm for steel A1 and 55µm for steel A2, whereas at 1330°C being 344µm for steel A1 and 324µm for steel A2. Thermal cycles were applied to the specimens using an induction heating system. Specimens were fixed between the anvils of a fully computerized MTS machine and placed in a quartz tube under atmosphere of argon with 1% hydrogen to minimise oxidation. The temperature was measured by an infrared pyrometer focused on the middle section of the specimen and adjusted by a controller in accordance to the programmed thermal schedules.

Steel	C	Si	Mn	P	S	Ni	Sn	Cu
A1	0.23	0.12	0.9	0.01	0.02	0.12	0.05	0.59
A2	0.21	0.13	0.87	0.01	0.03	0.11	0.03	0.51

Table 1. Chemical composition (% in mass)

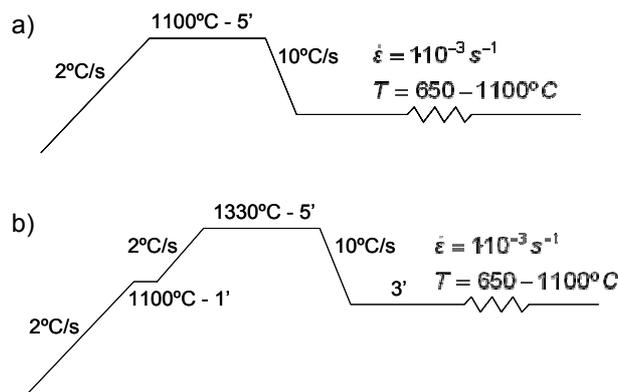


Figure 1. Thermal cycle applied to the samples previous to the hot tensile test: a) reheating at 1100°C, b) reheating at 1330°C

After the reheating treatment the samples were cooled down to the test temperature at a constant cooling rate of 10 °C/s. Samples were then maintained at that temperature for 3 minutes to homogenise the microstructure in the whole section of the samples. Then, the tests were carried out at an initial strain rate of $5 \cdot 10^{-3} s^{-1}$. Both cooling rate and strain rate were close to the ones experienced by the billet surface during the straightening operation. Hot ductility was quantified by the reduction in area (%RA) of the samples tested to fracture.

Once the tests were carried out, one half of the sample was quenched in water in order to freeze the high-temperature microstructure. Before etching the samples, the distribution and morphology of the

inclusions was observed and then, the samples were etched in order to detect possible segregations. The other half of the sample was used to examine the fracture surfaces, using a scanning electron microscope JEOL T840 SEM. The grain boundary composition of some samples close to the fracture tips was measured by Auger electron spectroscopy (AES) using a Riber nanoprobe spectrometer equipped with a FEI field emission gun and a MAC 2 cylindrical analyzer.

3. RESULTS

3.1. Hot ductility curves

The hot ductility curves for steels A1 and A2 after different thermal cycles can be seen in Figure 2. The ductility loss for both steels took place in the austenite temperature region ($A_{e3} = 806^\circ\text{C}$, calculated using the Andrews equation [4]) but the trough extended to higher temperatures for steel A1 than for steel A2. This behaviour seems to be independent of the reheating temperature, even though the curves of both steels are closer to each other after reheating at 1330°C . Therefore, when the initial condition of the material is as-rolled, the ductility trough of the steel was narrower than when it is as-cast. On the other side, reheating temperature seemed to cause no significant difference on the above-mentioned behaviour by comparing Fig. 2a and 2b.

At the lower temperature range, a slight ductility recovery can be observed for samples tested after reheating at 1330°C . It was not possible to measure HD at the lower temperature range after reheating at 1100°C since they always fractured out of the samples gage length. The ductility recovers slightly at temperatures lower than A_{r3} , which is around 723°C according to Ouchi [5].

It is also remarkable that the hot ductility curve of steel A1 passes below the one of steel A2 for both reheating cycles. The difference between both curves seems to decrease as the reheating temperature is increased.

3.2. Fractographies and metallographies

3.2.1. Reheating treatment at 1100°C

In Figure 3 the fracture features of steels A1 and A2 after reheating at 1100°C are shown. They correspond to samples tested at 900°C for steel A1 and at 850°C for steel A2, which are the highest temperatures end of the low ductility region. The fracture aspect seemed to be similar for both steels, showing some round features mixed with kind of intergranular component. These characteristics remained the same at all the brittle temperature range for both steels.

Fig. 4 illustrates microstructural differences between steel A1 and A2 after reheating at 1100°C . One of the

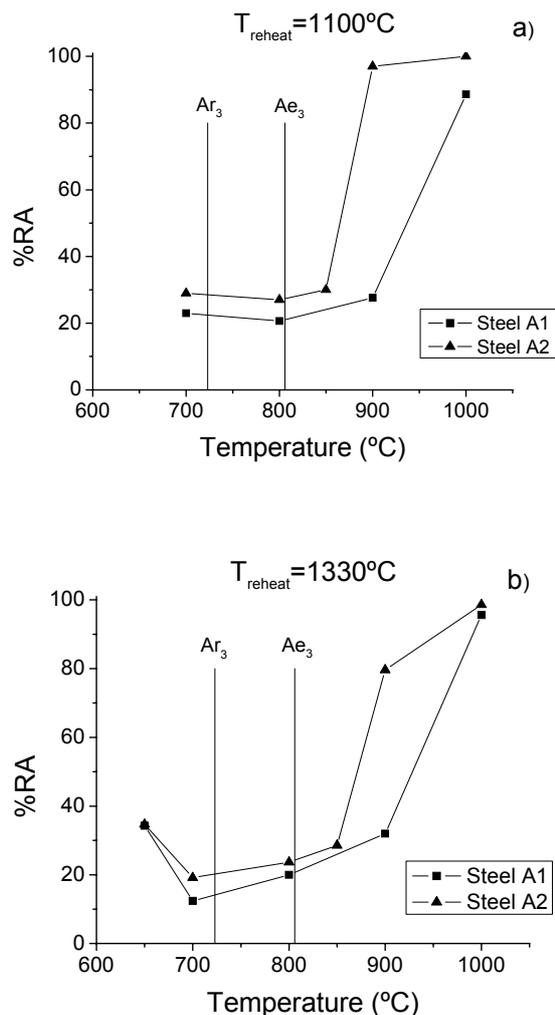


Figure 2 Hot ductility curves for steels A1 and A2 after reheating treatments at a) 1100°C and b) 1330°C

differences observed is related to the morphology and distribution of the inclusions. For steel A1 the MnS are located at the grain boundaries and they are round as can be seen in Figure 4a. On the other hand, for steel A2 the same are elongated and parallel to the deformation direction, probably as a consequence of the rolling process, Figure 4b.

The segregation patterns show also differences depending on the initial condition of the steel. Figure 4c shows solidification dendritic structure of steel A1 after etching, showing segregation pattern. The segregation pattern for steel A2 was aligned in the rolling direction, as can be observed in Figure 4d.

3.2.2. Reheating treatment at 1330°C

Even though the hot ductility curves showed similar ductility troughs after different reheating treatment for each of the steels, the fracture surfaces of the samples

tested after reheating at 1330°C showed significant differences when compared to the ones reheated at 1100°C. For the higher reheating temperature, the samples with a brittle behaviour showed intergranular fractures as it is evident in Figure 5 for the steels A1 and A2 tested at 800°C. In this case, the facets of the grains looked smooth.

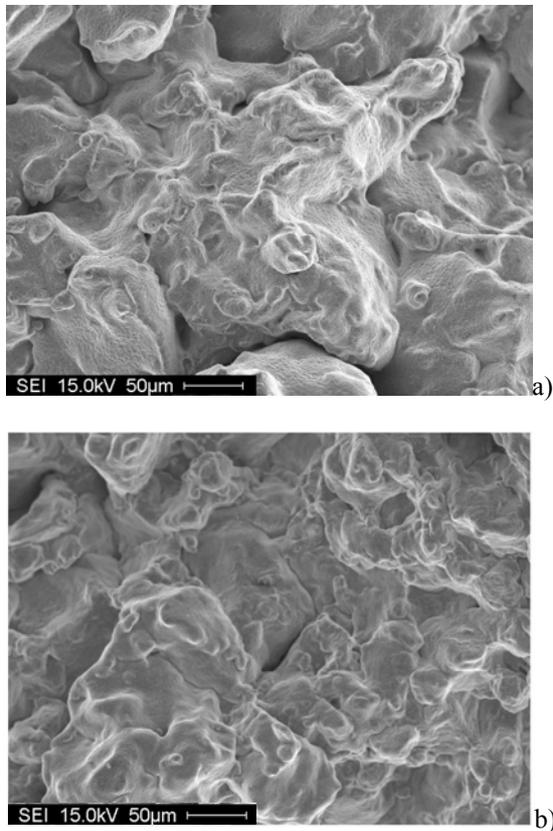


Figure 3 Fractographies of a) steel A1 tested at 900°C and b) steel A2 tested at 850°C after a reheating at 1100°C

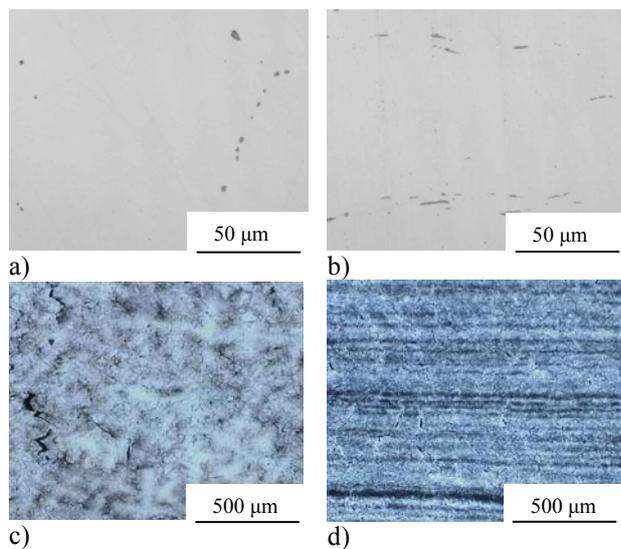


Figure 4 Metallographies for samples of a) c) steel A1 and b) d) steel A2 after a reheating cycle at 1100°C

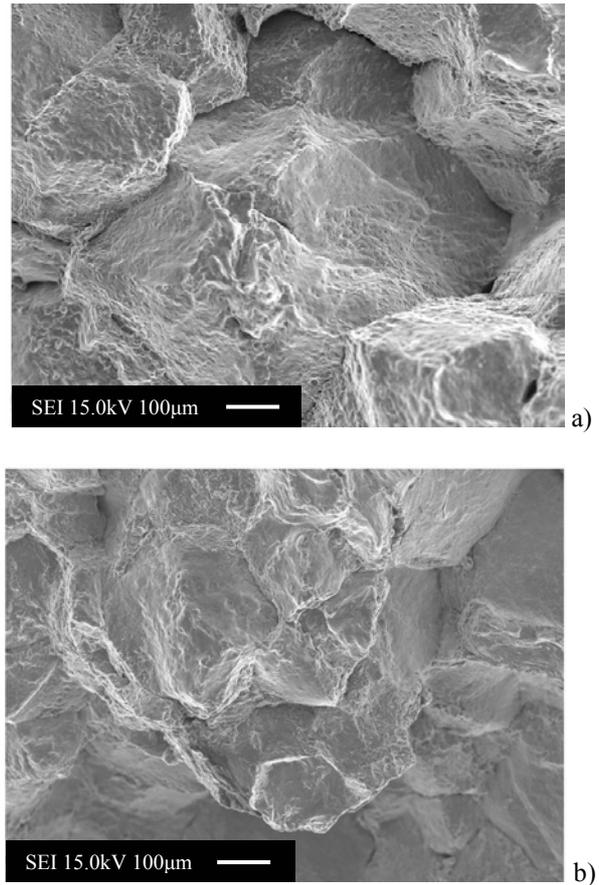


Figure 5 Fracture surfaces of the samples tested at 800°C, reheated at 1330°C for steel a) A1 and b) A2

The distribution and shape of inclusions after a reheating at 1330°C can be seen in Figure 6 for both steels. In general, the inclusions in the samples of steel A1 reheated at 1330°C, Figure 6a, were bigger than the ones observed for the same steel reheated at 1100°C. Furthermore, some of the inclusions in steel A2 reheated at 1330°C, Figure 6b, seemed to be elongated but the rest were round and aligned, probably in the direction of the original inclusions that gave way to them. Little segregation could be detected on samples reheated at 1330°C, probably indicating that this reheating temperature could have been high enough to homogenise the composition and therefore reduce segregation features.

In addition, when the samples were tested in the ferrite plus austenite temperature region, ductile intergranular fractures were observed, as can be seen in Figure 7 for the sample of steel A1 tested at 650°C. This kind of fracture is related to the presence of a ferrite film surrounding the austenite grains, which concentrates the deformation at the grain boundaries, leading to the nucleation of voids around MnS.

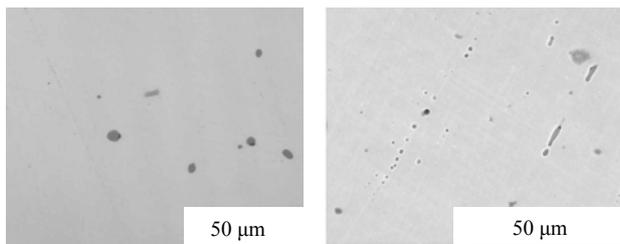


Figure 6 Metallographies for samples of a) steel A1 and b) steel A2 after reheating at 1330°C

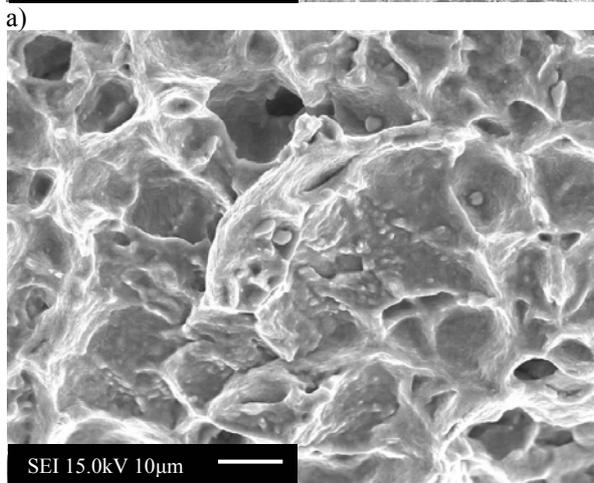
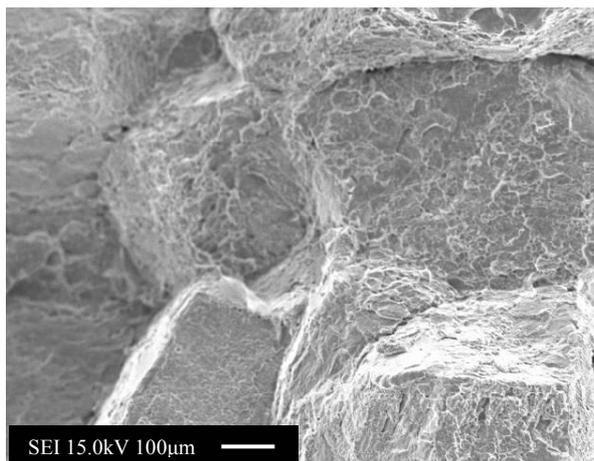


Figure 7 a) Fracture features of a sample of steel A1 tested at 650°C after reheating at 1330°C b) the same but in higher magnification

4. DISCUSSION

From the fracture features and microstructures shown in the previous section, two different embrittling mechanisms seem to be acting. The first one acts interdendritically as is apparent for samples tested after reheating at 1100°C. The second mechanism acts at the intergranular scale and embrittles grain boundaries owing to an intragranular decohesion fracture. This

mechanism acts preferentially after reheating treatments at higher temperatures.

The lower reheating temperature (1100°C) would not be high enough to remove solidification microsegregations. Regarding the composition of both steels, there are several elements susceptible to enrich the interdendritic liquid during solidification, mainly being S and P that would strongly reduce the interfacial energies of the dendritic grains when segregated [6]. This embrittlement of the interdendritic areas would be apparent at lower temperatures during HD test, promoting an interdendritic decohesion as the one evident in Figure 3.

The grain size obtained after reheating treatments at 1100°C might favour the interdendritic fracture since it is about one half of the secondary arm spacing determined for steel A1 which is around 150μm. If any intragranular segregation takes place during the austenitizing treatment, grain boundaries will also be weakened and thus they could be an easy path for the linkage of the cracks formed at the microsegregated areas.

The higher reheating temperature (1330°C) seems high enough to redistribute the elements segregated at the interdendritic spaces during the solidification; however such thermal cycle would be promoting intergranular segregations. S and Sn are elements prone to segregate to intergranular spaces. The segregation of S was confirmed by Auger electron spectroscopy at grain boundaries of one of the specimens as can be seen in Figure 8. No evidence of Sn segregation was detected but according to other authors [7], this element would probably segregate in a non-equilibrium manner. This means that its segregation would depend on the soaking time at the testing temperature and also the cooling rate from the reheating temperature.

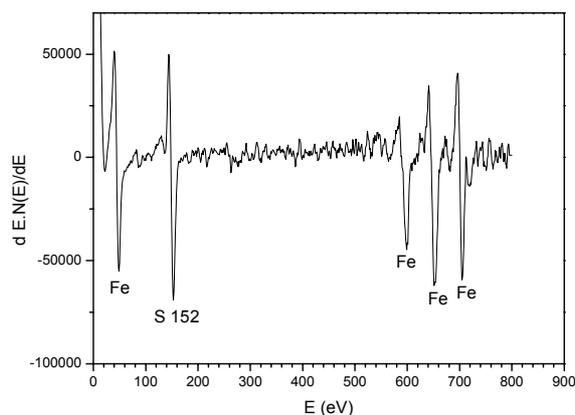


Figure 8 Typical Auger scan of the fracture surface of samples tested at brittle temperatures after a reheating at 1330°C

The role of S seems to be important in the overall steel behaviour. This element can appear in steel in form of

inclusions, solid solution or segregated. During the solidification of the steel it microsegregates to the interdendritic areas as shown in Figure 4a since the inclusions are located at such regions. Due to the high cooling rates experienced during solidification, the inclusions formed were probably (Mn, Fe)S type [8]. This kind of inclusions has lower melting temperatures than pure MnS whose melting point is at 1530°C [9]. A reheating treatment at 1100°C probably had no effect on the size and distribution of the inclusions formed during the solidification of the steel, but 1330°C would probably favour the formation of MnS by increasing the diffusivity of Mn in the austenite. This temperature is also high enough to put some S in solid solution that would be able to segregate to the intergranular spaces leading to intergranular decohesion.

Grain size has usually an important effect on the hot ductility promoting wider troughs as the grain size increases [10]. In this case, this effect was not observed since the troughs obtained after different reheating treatments (different grain sizes) are very similar. The negative effect of the larger grain size for the samples reheated at 1330°C could be alleviated by the larger size of the inclusions that form mainly in the matrix after this thermal cycle, giving similar ductility troughs for each steel after different reheating temperatures. But, grain size differences could influence the negative effect of each embrittlement mechanism promoting deeper troughs for steel A1 (slightly larger grain size) than for steel A2 both after reheating at 1100°C and after reheating at 1330°C.

The difference of the ductility trough width between steel A1 and A2 can be explained in terms of the inclusions and segregations. As it was observed in Fig. 4b, 4d and 6b their orientation parallel to the tensile direction can maintain the good ductility until lower temperatures.

The ductile intergranular fracture observed for samples tested at 650°C can be related to an increase of the ferrite volume fraction. This phase, can appear induced by deformation at temperatures between the A_{e3} (equilibrium transformation temperature) and A_{r3} (continuous cooling transformation temperature). In this temperature range the ferrite forms surrounding the austenite grains and embrittles the steel by the concentration of the deformation at such softer phase.

5. CONCLUSIONS

Residual elements seemed to have strong effect on the hot ductility of steels studied in this work since they are prone to segregate. Microsegregations taking place during the solidification of the strand can cause the embrittlement of the steel under typical straightening conditions as can be detected in samples reheated at 1100°C. Higher reheating temperatures could induce intergranular segregations which resulted in similar ductility troughs to the ones obtained after lower

reheating. S is susceptible to be one of the elements having a major influence on the hot ductility of the steels. Concerning its effect it would be better to carry out *in-situ* melting tests in order to obtain more reliable results, since this kind of test put all S in solution.

ACKNOWLEDGEMENTS

This work was supported by grants from the DURSI and MCYT (DPI2002-04479-C02). We wish to thank the Department of Mining, Metals and Materials Engineering at McGill University for the use of their facilities and Prof. Rene LeGall for the Auger analysis.

REFERENCIAS

- [1] Mintz, B., Yue, S. and Jonas, J.J., "Hot Ductility of Steels and Its Relationship to the Problem of Transverse Cracking During Continuous-Casting", *International Materials Reviews*, 36, pp. 187-217, (1991).
- [2] Houpert, C., Lanteri, V., Jolivet, J.M., Guttmann, M., Birat, J.P., Jallon, M. and Confente, M., "Influence of Tramp Elements in the Production of High Quality Steels Using the Scrap Electric Arc Furnace Route", *Revue de Métallurgie-Cahiers D'Informations Techniques*, 94, pp. 1369-1384, (1997).
- [3] Mintz, B., Abushosha, R., Cominelli, O.G. and Ayyad, S., "The Hot Tensile Test as a Means of Assessing the Susceptibility of Steel to Cracking during Continuous Casting", *Physical Simulation of Casting, Hot Rolling and Welding, Tsukuba, Japan*, pp. 449-459, (1997).
- [4] Andrews, K.W., "Empirical Formulae for Calculation of some Transformation Temperatures", *Journal of the Iron and Steel Institute*, 203, pp. 721-727, (1965).
- [5] Ouchi, C., Sampei, T. and Kozasu, I., "The Effect of Hot-Rolling Condition and Chemical Composition on the Onset Temperature of gamma-alpha Transformation after Hot-Rolling", *Trans ISIJ*, 22, pp. 214-222, (1982).
- [6] Cornelissen, M.C.M., "Mathematical Model for Solidification of Multicomponent Alloys", *Ironmaking & Steelmaking*, 13, pp. 204-212, (1986).
- [7] Song, S.H., Yuan, Z.X., Jia, J., Guo, A.M. and Shen, D.D., "The Role of Tin in the Hot Ductility Deterioration of a Low-Carbon Steel", *Metallurgical and Materials Transactions A*, 34A, 1611-1616, (2003).
- [8] Lankford, W.T., "Some Considerations of Strength and Ductility in Continuous-Casting Process", *Metallurgical Transactions*, 3, pp. 1331-1357, (1972).
- [9] Brimacombe, J.K., "The Challenge of Quality in Continuous Casting Processes", *Metallurgical and Materials Transactions B*, 30, pp. 553-566, (1999).
- [10] Moon, S.C. and Dippenaar, R., "The Effect of Austenite Grain Size on Hot Ductility of Steels", *MS&T Conference Proceedings, New Orleans, EEUU*, pp. 675-684, (2004).

**CARACTERIZACIÓN DE ALEACIONES DE CUPROALUMINIOS COMPLEJOS.
DETERMINACIÓN EXPERIMENTAL DE PARÁMETROS FUNDAMENTALES DE FATIGA Y
FRACTURA**

I. Cenoz-Echeverría¹, J. Fernández-Carrasquilla²

Dpto. de Ingeniería Mecánica, Energética y de Materiales. E.T.S. de Ingenieros Industriales y de
Telecomunicación, Universidad Pública de Navarra, Campus de Arrosadía,
31006 Pamplona, Navarra, España.

¹E-mail: isaac.cenoz@unavarra.es
Tfno.: 948 16 92 99. Fax: 948 16 90 99

²E-mail: ferca@unavarra.es
Tfno.: 948 16 93 02. Fax: 948 16 90 99

RESUMEN

Los cuproaluminios son aleaciones con base cobre con contenidos de aluminio del 5-12% que pueden incorporar Fe, Ni, y Mn para formar una familia de aleaciones con unas excelentes propiedades de resistencia mecánica y a la corrosión. Se estudia el efecto que la relación Ni:Fe y los tratamientos térmicos ocasionan en las propiedades mecánicas como dureza, límite elástico, tensión de rotura, alargamiento, módulo de elasticidad, coeficiente de Poisson, tenacidad a la fractura estática, resiliencia, fatiga y propagación de grieta. Para ello se analizan tres aleaciones en tres diferentes estados. Las composiciones nominales son 10%Al, 3%Fe, resto Cu, 10%Al, 5%Fe, 5%Ni, resto Cu y 10%Al, 4%Fe, 8%Ni, resto Cu. Las estructuras de las aleaciones son las correspondientes a: bruto de colada, temple y temple seguido de revenido. La caracterización del módulo de elasticidad y coeficiente de Poisson, así como los ensayos de tracción y resiliencia se realizan a -20°C, 24°C y 100°C.

ABSTRACT

Aluminum bronzes are copper-base alloys containing aluminum within the limits between 5-12%. Additions of Fe, Ni and Mn are used as alloying elements forming a family of complex alloys noted for their exceptional strength and corrosion resistance. The Ni:Fe ratio and heat treatments has been analyzed by determining the mechanical properties for three different aluminum bronze alloys containing 10%Al, 3%Fe, 10%Al, 5%Fe, 5%Ni, and 10%Al, 4%Fe, 8%Ni. The effect of as cast, quenched and quenched and tempered structures has been investigated regarding hardness, proof and ultimate tensile strength, elongation, modulus of elasticity, Poisson ratio, fracture toughness, fatigue strength, crack propagation and Charpy impact properties. The influence of temperature has been also studied for the elastic modulus, Poisson ratio, proof stress, tensile strength and Charpy impact properties at -20°C, 24°C and 100°C.

ÁREAS TEMÁTICAS PROPUESTAS: Fractura de Materiales Metálicos y Hormigón.

PALABRAS CLAVE: Cuproaluminio, Fatiga, Fractura.

1. INTRODUCCIÓN

Los bronce al aluminio o cuproaluminios son aleaciones con base cobre que contienen de un 5% a un 12% de aluminio. Pueden incorporar otros elementos como Fe, Ni, y Mn. Modificando la concentración de los elementos de aleación se crea una familia de aleaciones con unas excelentes propiedades de resistencia mecánica y a la corrosión. Entre sus aplicaciones principales destacan la construcción de hélices marinas de gran tonelaje, rodets de turbinas hidráulicas Francis, Pelton, palas Kaplan, ^[1] cuerpos y válvulas para bombeo de fluidos corrosivos, componentes estructurales para lanzamiento de misiles submarinos^[2], así como cojinetes, engranajes, horquillas

selectoras de velocidades, anillos de sincronización, herramientas antideflagrantes y equipos amagnéticos, etc. También se han empleado aleaciones de cuproaluminio en la construcción de estatuas de Buda en la India e Indonesia de hasta 2500 toneladas.

Las propiedades mecánicas de los bronce al aluminio dependen en gran medida del contenido de aluminio^[3] Para concentraciones de aluminio inferiores al 8% las aleaciones presentan una estructura metalográfica compuesta por solución sólida fase α (solución sólida de aluminio en cobre). Para concentraciones de 8-12% la aleación aumenta su resistencia por la presencia de una segunda fase llamada β . El hierro es el elemento de aleación más importante después del aluminio. La

solubilidad del hierro en Cu es de 0.5-1%. El hierro y el níquel se combinan con el aluminio formando fases intermetálicas complejas denominadas κ ^[4,5,6]. El exceso de hierro aumenta la resistencia de la aleación, mediante la precipitación de finas partículas de segunda fase^[7,8]. La adición de níquel ocasiona también la aparición de precipitados cuya composición y morfología depende de la concentración relativa de Ni y Fe^[9,10].

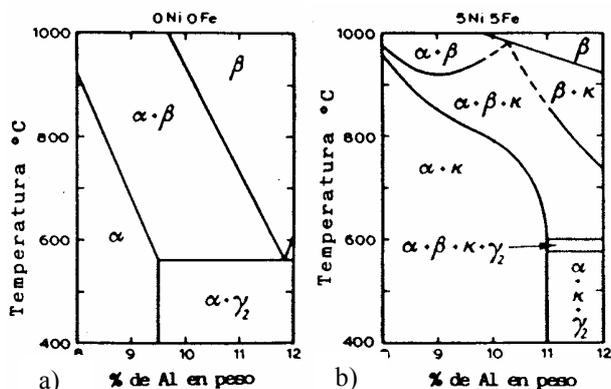


Figura 1. Diagramas de equilibrio para contenidos de aluminio de 8-12%, a) corresponde a la aleación binaria Cu-Al, b) corresponde a la aleación Cu, 8-12%Al, 5%Fe, 5%Ni.

En la figura 1-a, se observa que la transformación eutectoide de la aleación binaria, $\beta \rightarrow \alpha + \gamma_2$, ha desaparecido en la aleación compleja (figura 1-b), apareciendo en cambio una fase adicional denominada κ , también se observa que el dominio α se ve ampliado como consecuencia de que la fase κ absorbe aluminio de la matriz α ^[11].

Ante el interés de la industria, de disponer de aleaciones con las mejores propiedades mecánicas, se estableció el objetivo de analizar cual es el efecto, en las propiedades mecánicas, de aumentar la relación Ni:Fe. Para ello se seleccionaron tres aleaciones cuyas composiciones nominales son 10%Al, 3%Fe, resto Cu, 10%Al, 5%Fe, 5%Ni, resto Cu y 10%Al, 4%Fe, 8%Ni, resto Cu. Las dos primeras aleaciones son comerciales cuya denominación UNE-EN 1982:1998 es CuAl10Fe2-C y CuAl10Fe5Ni5-C. La tercera aleación es experimental. Las aleaciones han sido estudiadas en los estados bruto de colada, temple desde 850°C (medio: aceite) y temple desde 850°C, (medio: aceite) seguido de revenido hasta 600°C (2h., enf. en horno).

2. EXPERIMENTAL

Para la realización de los ensayos se utilizó el siguiente equipo experimental:

- Durómetro Hoyton Ltd. 3000-A.
- Espectrómetro Spectrolab V 1.20 de Spectro Analytical Instruments GmbH.
- Banco de ensayos dinámico ME-406/5 de Servosis con capacidad para 50 kN.

- Bandas extensométricas CEA-06-062UT-120 de Micro-Measurements.
- Puente de extensometría portátil AC Strain AS1201 de NEC San-ei Instruments, Lt.
- Cámara climática Dycometal serie CET, mod. 30/49 certificada para ensayos de -30°C a 150°C.
- Extensómetro 3541-005M-100-ST de Epsilon Technology Corporation.
- Péndulo Charpy marca RPK mod. 300.
- Microscopio de bolsillo PEAK mod. 2054-40.
- Microscopio metalográfico Nikon mod. Epiphot LE03/18 con óptica UIS.
- Microscopio electrónico de barrido JSM-5900LV con resolución de 3.0 nm y 300.000 aumentos de amplificación máxima.
- Microsonda de rayos X EDS de Oxford Instruments mod. 7274 con resolución de 138eV.

3. RESULTADOS Y DISCUSIÓN

En la tabla 1 se presentan los resultados obtenidos para cada aleación y estado, caracterizando la dureza, la tensión de rotura, el límite elástico, el alargamiento, el módulo de elasticidad, el coeficiente de Poisson, y la resiliencia. Las características mecánicas referidas a los ensayos de tracción y de impacto fueron determinadas a -20°C, 24°C y 100°C. Para ello, las probetas fueron ensayadas dentro de una cámara climática donde se estabilizaron por espacio de 2h. (incertidumbre de la cámara climática Dycometal: $\pm 0.30^\circ\text{C}$.)

Se realizaron ensayos de fatiga clásica con tipo de carga tracción-compresión ($R=-1$). Para ello se emplearon tres probetas para cada nivel de tensión, es decir nueve probetas para cada aleación y estado. En total 27 probetas para cada aleación. Se definió el límite de durabilidad como aquella tensión para la cual las probetas superaban una vida de 3×10^6 ciclos. Los resultados de fatiga clásica para las tres aleaciones en estado bruto de colada se muestran en la figura 2.

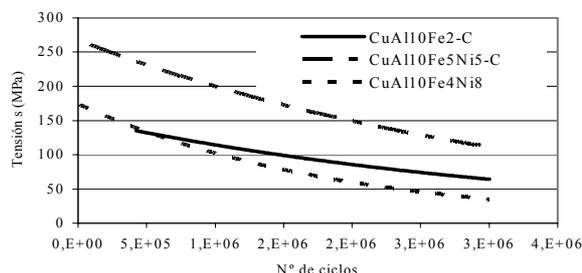


Figura 2. Curvas Tensión-Duración para las tres aleaciones en estado bruto de colada. Condiciones del ensayo: $R=-1$, temperatura 24°C, frecuencia 10 Hz.

Para la determinación de la tenacidad a la fractura K_I se emplearon probetas SENB de 11 mm de espesor. Los resultados obtenidos solamente cumplieron el requisito de la norma ASTM E-1820-01 de $P_{max}/P_Q \leq 1.1$ para la aleación CuAl10Fe4Ni8, sin embargo, ninguno de los

valores provisionales K_Q cumplió el requisito de espesor de probeta mayor de $2.5 (K_{IC} / \sigma_{0.2})^2$. Los valores obtenidos de K_Q y de la Integral J se muestran en la tabla 2.

Para valores crecientes de la relación Ni:Fe, la dureza, y el módulo de elasticidad aumentan, también lo hace el límite elástico con alguna excepción. El alargamiento y el coeficiente de Poisson disminuyen. Sin embargo, la tensión de rotura, el límite de durabilidad y los parámetros de propagación de grieta en fatiga C y m (como se verá más adelante) muestran valores óptimos para relaciones Ni:Fe próximas a la unidad. El exceso de Ni (Ni:Fe aprox. 2) reduce los valores de resiliencia y tenacidad a la fractura.

Utilizando la MLFE se puede establecer que:

$$K_{IC} = Y \cdot \sigma_C \sqrt{\pi \cdot a_C} \quad (1)$$

Para un tamaño mínimo de grieta (mínimo detectable) y un esfuerzo igual al de fluencia (límite elástico), una grieta comenzará a propagarse cuando su longitud sea:

$$a_C \geq (K_{IC})^2 / [Y^2 \cdot \pi \cdot (\sigma_{0.2})^2] \quad (2)$$

$$a_C \geq C \cdot (K_{IC})^2 / (\sigma_{0.2})^2 \quad (3)$$

Aquella aleación que mejor tolerancia a la grieta presenta es aquella cuya relación $K_{IC}/\sigma_{0.2}$ sea máxima. Para ello K_{IC} podría ser máximo y $\sigma_{0.2}$ podría ser mínimo, sin embargo una reducción del límite elástico implica una reducción de la tensión admisible de modo que tanto K_{IC} como $\sigma_{0.2}$ deben ser máximos. Si la aleación tolera una grieta del mayor tamaño posible a la vez que la tensión admisible es máxima, esa aleación presenta la máxima capacidad de carga.^[12]

Representando K_I y $\sigma_{0.2}$ en un diagrama logarítmico, la relación $K_I^2/\sigma_{0.2}^2 = Cte$, responde a la ecuación de una

Aleación	Estado	Temp. (°C)	Dureza a HB	Tensión de Rotura (MPa)	Límite Elástico (MPa)	Alargamiento A%	Módulo de Elasticidad (MPa)	Coef. de Poisson	Res. (J)	Lim. dur. (MPa)
CuAl10Fe2-C (Ni:Fe ~0.0)	Bruto de Colada	-20	-	590	283	23	109550	0.342	38	-
		24	159	586	250	25	103989	0.344	44	65
		100	-	526	235	26	99856	0.353	48	-
	Temple 850°C + Rev. 600°C	-20	-	649	340	17	-	-	17	-
		24	176	619	323	17	-	-	17	65
		100	-	554	325	19	-	-	15	-
	Temple desde 850°C	-20	-	621	333	12	-	-	39	-
		24	212	645	300	16	-	-	43	45
		100	-	596	305	18	-	-	46	-
CuAl10Fe5Ni5-C (Ni:Fe ~1.07)	Bruto de Colada	-20	-	763	354	18	127015	0.282	36	-
		24	179	735	295	21	109521	0.292	38	110
		100	-	671	282	23	104634	0.313	41	-
	Temple 850°C + Rev. 600°C	-20	-	759	386	9	-	-	26	-
		24	208	725	354	13	-	-	26	65
		100	-	680	372	16	-	-	30	-
	Temple desde 850°C	-20	-	732	359	9	-	-	24	-
		24	215	725	324	4	-	-	24	65
		100	-	631	341	14	-	-	25	-
CuAl10Fe4Ni8 (Ni:Fe ~2.02)	Bruto de Colada	-20	-	680	380	9	139193	0.279	9	-
		24	212	703	373	4	131040	0.284	4	38
		100	-	639	339	14	127275	0.306	10	-
	Temple 850°C + Rev. 600°C	-20	-	706	401	8	-	-	8	-
		24	217	677	371	10	-	-	10	65
		100	-	512	391	13	-	-	10	-
	Temple desde 850°C	-20	-	710	330	6	-	-	13	-
		24	222	683	341	9	-	-	13	65
		100	-	512	385	4	-	-	13	-

Tabla 1. Propiedades mecánicas de aleaciones y estados, a diferentes temperaturas.

recta, que divide el diagrama en dos partes. Las aleaciones situadas por encima de la recta presentan mayor tolerancia a las grietas que las que se encuentran situadas por debajo de la misma. De esta forma se han representado los valores de K_Q obtenidos para las aleaciones de cuproaluminios frente a valores publicados de $K_{IC}^{[12]}$, correspondientes a otras aleaciones como aceros, aluminios y titanios (figura 3).

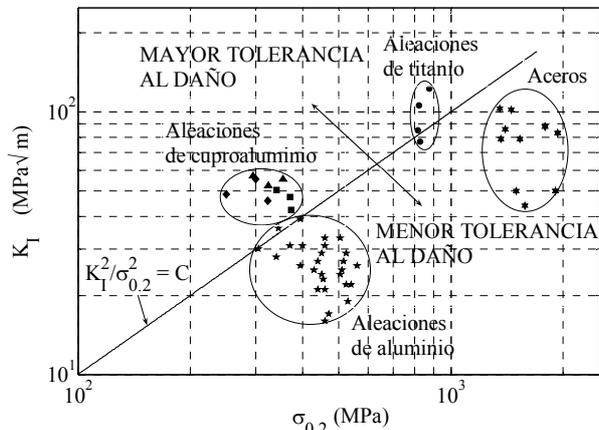


Figura 3. Diagrama de selección de materiales.

Los resultados de los ensayos de propagación de grieta confirman que las adiciones de Ni retardan el crecimiento de grieta, siempre que no se supere la relación Ni:Fe ~ 1 . Para relaciones Ni:Fe ~ 2 el crecimiento de grieta se ve acelerado, reduciéndose la vida a fatiga del espécimen.

En la tabla 3 se presentan los coeficientes C y m de la ecuación de Paris.

$$\frac{da}{dN} = C(\Delta K)^m \quad (4)$$

Aleación y estado	K_Q MPa√m	J N/mm ²
CuAl10Fe2-C (BC)	48.7	97
CuAl10Fe2-C (T)	55.4	133
CuAl10Fe2-C (T+R)	46.0	62
CuAl10Fe5Ni5-C (BC)	57.0	196
CuAl10Fe5Ni5-C (T)	52.4	119
CuAl10Fe5Ni5-C(T+R)	55.6	103
CuAl10Fe4Ni8 (BC)	42.4	30
CuAl10Fe4Ni8 (T)	50.4	72
CuAl10Fe4Ni8 (T+R)	47.4	35

Tabla 2. Datos de tenacidad a la fractura K_Q e Integral J correspondientes a cada aleación y estado

En la figura 4 se presentan las curvas de propagación de grieta para las aleaciones en estado bruto de colada. La grieta se propaga con menor velocidad en la aleación CuAl10Fe5Ni5-C, mientras que en la aleación CuAl10Fe4Ni8 el crecimiento de grieta se produce mucho más rápidamente. Esto coincide con los resultados de las curvas Tensión-Duración mostrados en la figura 2.

Aleación y estado	m	C
CuAl10Fe2-C (BC)	3.1	$9 \cdot 10^{-9}$
CuAl10Fe2-C (T)	5.1	$2 \cdot 10^{-11}$
CuAl10Fe2-C (T+R)	4.8	$1 \cdot 10^{-10}$
CuAl10Fe5Ni5-C (BC)	3.9	$7 \cdot 10^{-10}$
CuAl10Fe5Ni5-C (T)	5.0	$1 \cdot 10^{-11}$
CuAl10Fe5Ni5-C (T+R)	4.1	$6 \cdot 10^{-10}$
CuAl10Fe4Ni8 (BC)	3.5	$2 \cdot 10^{-8}$
CuAl10Fe4Ni8 (T)	4.9	$8 \cdot 10^{-11}$
CuAl10Fe4Ni8 (T+R)	3.2	$6 \cdot 10^{-8}$

Tabla 3. Coeficientes C y m dados para ΔK en $\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$ y da/dN en mm/ciclo

En general, puede decirse, que el estado de temple seguido de revenido no es conveniente para mejorar la resistencia a fatiga, puesto que el crecimiento de grieta se ve acelerado, sin embargo las aleaciones en estado de temple presentan una ralentización de la velocidad de crecimiento de grieta. Esto difiere con los resultados del límite de durabilidad mostrado en la tabla 1. Las diferencias se atribuyen a la mayor dispersión estadística de los resultados de las curvas Tensión-Duración.

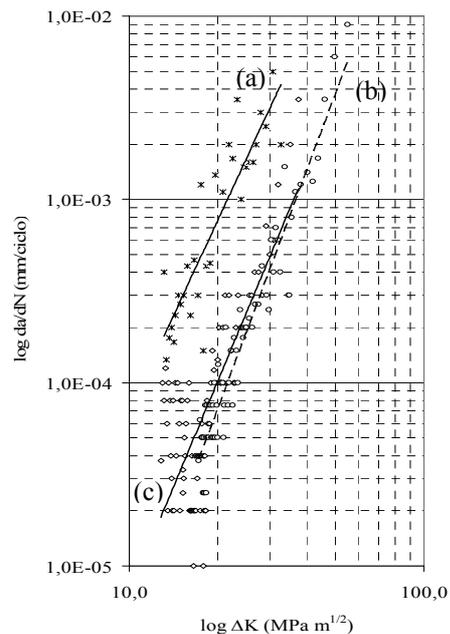


Figura 4. Tasas de crecimiento de grieta de las aleaciones en estado bruto de colada. Cond. de ensayo: R=0.1, temp. 24°C, frecuencia 10Hz. a).- CuAl10Fe4Ni8, b).-CuAl10Fe5Ni5-C, c).- CuAl10Fe2-C.

Los bronce al aluminio como el CuAl10Fe2-C, con concentraciones nominales de aluminio y hierro de 10% y 3% respectivamente, presentan unas buenas características mecánicas. El límite elástico, la resistencia y la dureza son moderadamente elevados, mientras que también presentan elevada ductilidad y tenacidad. Esta elevada capacidad de deformación puede ser explicada por la mayor fracción volumétrica de fase α que de otros constituyentes de la aleación y

por la relativa continuidad de la matriz α (figura 5). La cantidad de hierro que excede el límite de solubilidad en el cobre, precipita formando una fase κ rica en hierro que adopta una morfología globular (figura 6).

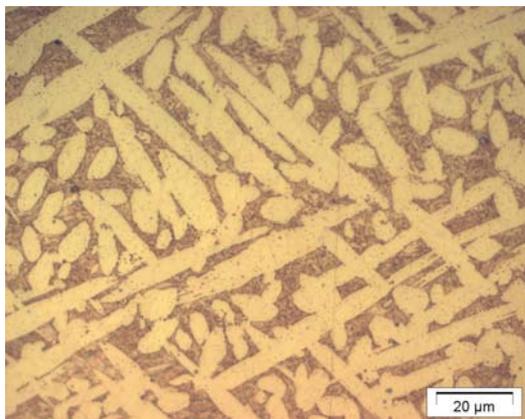


Figura 5. Micrografía de la aleación CuAl10Fe2-C en estado bruto de colada. Zonas claras corresponden a fase α . Zonas oscuras corresponden a eutectoide ($\alpha + \gamma_2$). Ataque: Percloruro férrico en etanol al 5%.

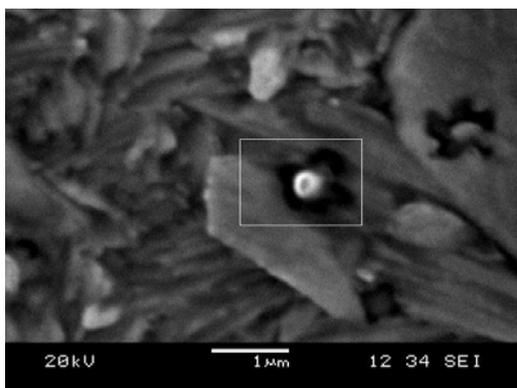


Figura 6. Imagen MEB de la aleación CuAl10Fe2-C en estado bruto de colada. Detalle de un precipitado nodular rico en hierro.

La adición de níquel ocasiona la aparición del microconstituyente κ , que, dependiendo de la concentración relativa de Ni:Fe, adopta diferentes morfologías y composiciones químicas. Para concentraciones de níquel similares a las concentraciones de hierro (aleación CuAl10Fe5Ni5-C), se producen precipitados con forma nodular o de rosetas (figuras 7 y 8), además de finos precipitados de compuestos intermetálicos finamente dispersos en la matriz original o fase α (figura 9). De este modo, adiciones de níquel similares en concentración a la cantidad de hierro presente en la aleación producen un endurecimiento por precipitación.

En caso de que el contenido de níquel exceda el contenido de hierro (aleación CuAl10Fe4Ni8) se produce un empeoramiento de la resistencia a fatiga, y de la tenacidad a la fractura debido a que los compuestos intermetálicos ricos en hierro, con formas globulares son reemplazados por partículas de segunda

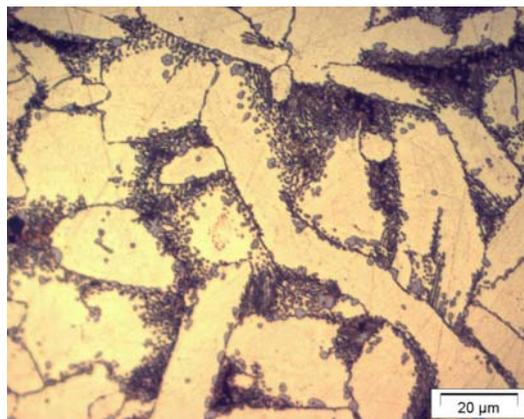


Figura 7. Microestructura de la aleación CuAl10Fe5Ni5-C en estado bruto de colada. Se observa la estructura de la matriz α y precipitados de partículas κ de segunda fase. Ataque: Percloruro férrico en etanol al 5%.

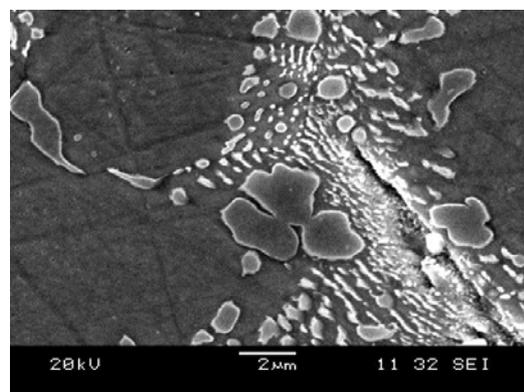


Figura 8. Imagen MEB de la aleación CuAl10Fe5Ni5-C en estado bruto de colada donde se muestra la matriz α y detalle de precipitados κ_1 en forma de roseta ricos en Fe, formas globulares más pequeñas κ_2 con la misma composición y formas laminares de precipitados κ_3 ricos en Ni.

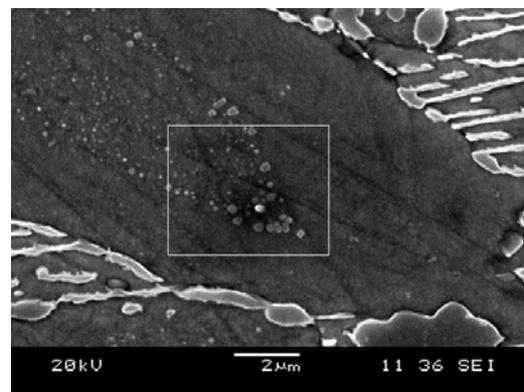


Figura 9. Imagen MEB de la aleación CuAl10Fe5Ni5-C en estado bruto de colada. Finos precipitados κ_{IV} en el interior de un grano de matriz α .

fase enriquecidas en níquel que forman una red continua que envuelve a los granos de solución sólida α

(figura 10). Es decir; se pasa de una situación en la que predominan los precipitados y partículas discretas, para bajos contenidos de níquel, a una situación en la que predominan las redes de compuestos intermetálicos que favorecen el crecimiento y propagación de grietas transgranulares.



Figura 10. Microestructura de la aleación CuAl10Fe4Ni8 en estado bruto de colada mostrando granos α y redes de compuestos intermetálicos κ ricos en Ni. Ataque: Percloruro férrico en etanol al 5%.

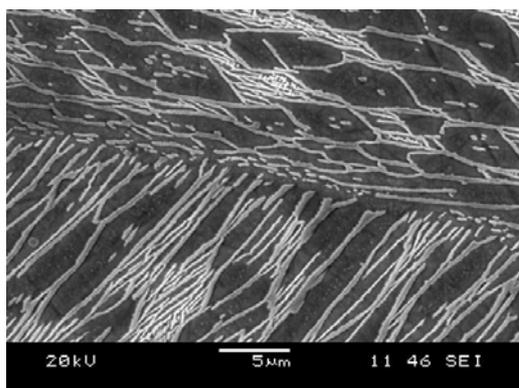


Figura 11. Imagen MEB de la aleación CuAl10Fe4Ni8 en estado bruto de colada donde se muestra el detalle de las formas laminares alternadas de compuestos intermetálicos κ y fase α .

Las fractografías realizadas mediante microscopio electrónico de barrido sobre probetas fracturadas por impacto, de las aleaciones en estado bruto de colada, muestran el tipo de fractura predominante en cada caso.

La aleación CuAl10Fe2-C (figura 12) muestra una superficie de fractura dúctil, con copas de deformación y con formación y coalescencia de micro huecos. Se observan algunos precipitados granulares en el interior de los alvéolos cuyo espectro de composición química muestra su riqueza en hierro (figura 13).

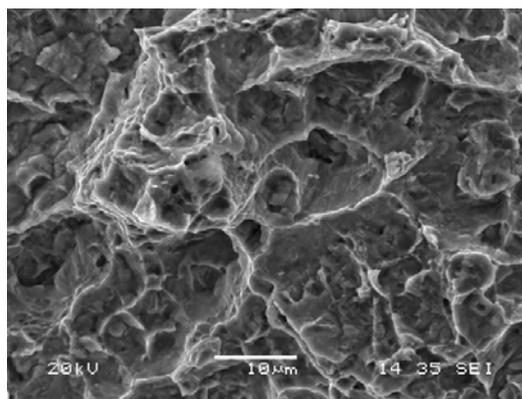


Figura 12. Fractografía MEB de la aleación CuAl10Fe2-C en estado bruto de colada que muestra una fractura dúctil. Se observa un precipitado en el centro de la imagen que es analizado con la microsonda de rayos X.

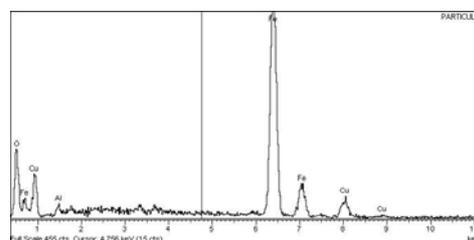


Figura 13. Espectro de composición química del precipitado mostrado en la figura 11, de la aleación CuAl10Fe2-C (13.7%Al, 17.2%Fe, 69.1%Cu).

La aleación CuAl10Fe5Ni5-C (figura 14) muestra una superficie de fractura en la que también aparecen gran cantidad de alvéolos y precipitados, cuya composición química responde a compuestos de Fe y Ni (figura 15).

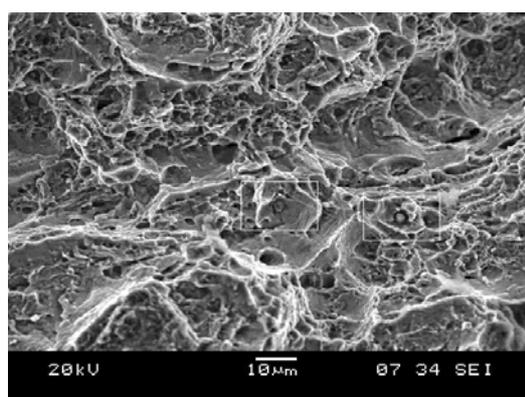


Figura 14. Fractografía MEB de la aleación CuAl10Fe5Ni5-C que evidencia fractura dúctil por la presencia de copas y conos de deformación. Se observan dos precipitados recuadrados que son analizados con la microsonda.

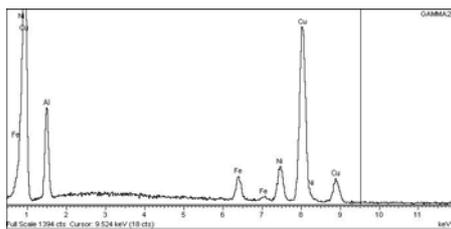


Figura 15. Espectro de composición química de los precipitados mostrados en la figura 14, de la aleación CuAl10Fe5Ni5-C (2.7%Al, 36.5%Fe, 12.9%Ni, 47.9%Cu).

La fractografía de la aleación CuAl10Fe4Ni8 (figura 16) muestra una fractura frágil. Se trata de una fractura más plana, con ausencia total de copas de deformación. No se observan partículas aisladas sino planos de descohesión.

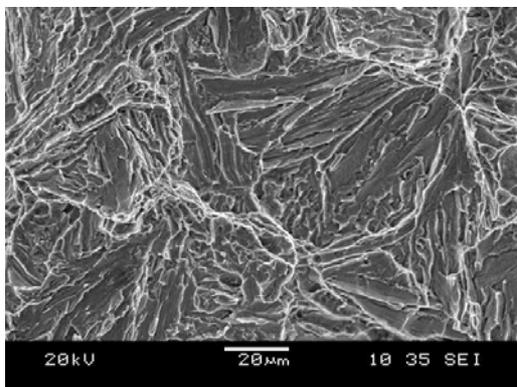


Figura 16. Fractografía MEB de la aleación CuAl10Fe4Ni8 donde se observa fractura frágil.

4. CONCLUSIONES

El estudio aporta datos experimentales de propiedades mecánicas, a varias temperaturas, de tres aleaciones de cuproaluminios complejos y en tres estados: bruto de colada, temple y temple seguido de revenido. Dos de las aleaciones son comerciales, mientras que en la tercera se ha aumentado la proporción relativa de Ni:Fe.

Las propiedades mecánicas de los cuproaluminios ternarios con composiciones nominales de 10% Al, 3% Fe, como son: límite elástico, módulo de elasticidad y dureza, pueden ser mejoradas sustancialmente mediante la adición de cantidades variables de níquel.

La tensión de rotura, resistencia a fatiga y la tenacidad a la fractura estática pueden ser mejoradas mediante la aportación de níquel, siempre que su concentración sea igual o inferior a la concentración de hierro presente en la aleación. Para concentraciones de níquel superiores a la concentración de hierro, se produce un empeoramiento de dichas propiedades.

REFERENCIAS

[1] P. WEILL-COULY, Le bronze d'aluminium et ses principales applications, Rev. Metallurgie, XV – 3, Francia, 1975, pp. 101-110.

[2] V. CALLCUT, Metallurgy of copper and copper alloys, aluminium bronze, Part 1, The copper page innovations, The Copper Development Association Inc., Estados Unidos, 2002, pp. 3-6.

[3] C.M. FRIEND, The effect of aluminium content on the martensite phase stabilities in metastable CuAlNi alloys, Scripta Metallurgica, vol 23, num. 10, Estados Unidos, 1989, pp. 1817-1820.

[4] E.A. CULPAN, G. ROSE, Microstructural characterization of cast nickel aluminum bronze, Journal of Materials Science, vol. 13, Inglaterra, 1978, pp. 1647-1657.

[5] P. WEILL-COULY, D. ARNAUD, Influence de la composition et de la structure des cupro-aluminums sur leur comportement en service, Rev. Fonderie, num. 322, Francia, 1973, pp.123-135.

[6] E. GOZLAN, M. BAMBERGER, Phase transformations in permanent mould cast aluminium bronze, Journal of Materials Science, vol. 23, Inglaterra, 1988, pp. 3558-3562.

[7] A. JAHANAFROOZ, F. HASAN, G.W. LORIMER, N. RIDLEY, Microstructural Development in Complex Nickel-Aluminum Bronzes, Metallurgical Transactions, Physical Metallurgy and Materials, num. 10, vol. 14, Estados Unidos, 1983, pp. 1951-1956.

[8] M. SAHOO, Structure and mechanical properties of slow cooled nickel-aluminium bronze alloy C95800, AFS Transactions, vol. 90, Estados Unidos, 1982, pp. 913-926.

[9] R. THOMSON, J.O. EDWARDS, The kappa phase in nickel aluminium bronze. Slow cooled microstructures, AFS Transactions, vol. 86, Estados Unidos, 1978, pp. 385-394.

[10] R. THOMSON, J.O. EDWARDS, The kappa phase in nickel aluminium bronze. Cast microstructures and properties, AFS Transactions, vol. 86, Estados Unidos, 1978, pp. 395-400.

[11] J.M. RUIZ, J.L. ENRIQUEZ, Tratamiento térmico de la aleación Cu 10%Al 5%Ni 5%Fe fundida, Rev. Fundición, vol. 33, num. 2, España, 1987, pp. 20-21.

[12] J.L. GONZALEZ, Mecánica de Fractura, Ed. Limusa, Mexico, 2004, pp. 120-144.

EFFECTO DEL ENVEJECIMIENTO EN DOS ETAPAS EN COMPONENTES NRC

M.T. Baile¹, A.Forn¹, J. Goñi², I. Sarriés², E. Martín¹

¹ Centro de Diseño de Aleaciones Ligeras y Tratamientos de Superficie (CDAL), Universidad Politécnica de Catalunya, Avda. Víctor Balaguer s/n, 08800-Vilanova i la Geltrú., España.
E-mail: maite.baile@upc.edu
Tfno: 938 967 724. Fax: 938 967 700

²INASMET-TECNALIA
Mikeletegi Pasealekua, 2 • Parque Tecnológico-Teknologi Parkea • 20009 Donostia-San Sebastián, España.
E-mail: jgoni@inasmets.es
Tfno: 943 003 700. Fax: 943 003 800

RESUMEN

Se estudia el comportamiento a fractura de componentes de aleación aluminio-silicio A357, conformados en estado semisólido por New Rheocasting y sometidos a tratamientos térmicos de envejecimiento en dos etapas. Se han optimizado el tiempo de puesta en solución y las temperaturas y tiempos de las diferentes etapas mediante técnicas de ultra-micro-indentación. Las propiedades mecánicas y los mecanismos de fractura se evalúan mediante ensayos de tracción y análisis fractográfico.

ABSTRACT

The present work studies the solution heat treatment effect in artificial ageing and re-ageing on the mechanical properties of an A357 aluminium alloy component formed by New Rheocasting. The silicon evolution effect on the mechanical properties was examined, too, during the solution treatment at various times. The mechanical properties were evaluated performing tensile tests, fractographical analysis and hardness test. The microstructural characterization was made by using optical and electronic microscopy.

ÁREAS TEMÁTICAS PROPUESTAS: Fractura de Materiales Metálicos y Hormigón o Aplicaciones Prácticas en Ingeniería.

PALABRAS CLAVE: Aluminio, Semi sólido.

1. INTRODUCCIÓN

Para mejorar las propiedades mecánicas de las aleaciones de aluminio se utilizan a menudo tratamientos multietapas de envejecimiento. Así es conocido, por ejemplo, el tratamiento de temple seguido de dos etapas de envejecimiento aplicado a las aleaciones de las series 2000, 6000 y 7000 [1-3]. Estos tratamientos mejoran la resistencia a corrosión bajo tensiones, aunque en general dan lugar a una menor resistencia a tracción que un tratamiento T6 convencional. En general el envejecimiento en varias etapas permite el control de los precipitados causantes del envejecimiento, incrementando su número, reduciendo el tamaño de los mismos y provocando una distribución más homogénea [4].

Algunos autores han realizado estudios de tratamientos multietapas en la aleación A357 obtenida por fundición, con una notable mejora de la resistencia a tracción respecto al T6 convencional y con una disminución del alargamiento [5].

En las aleaciones aluminio-silicio conformadas en estado semisólido, el tamaño del silicio eutéctico es

muy pequeño. Sin embargo como consecuencia del tratamiento de puesta en solución, el silicio eutéctico crece y se esferoidiza, con el consiguiente efecto en las propiedades finales. En estudios precedentes realizados con tratamientos de esferoidización entre 500°C y 550°C, se demostró que el tamaño del silicio y la dureza varían lentamente a partir de las 11 h [6].

El objetivo del trabajo ha sido obtener materiales con elevada ductilidad que tengan características mecánicas de resistencia a tracción y límite elástico relativamente elevadas. Por ello se han utilizado tratamientos de puesta en solución de 11 horas, con objeto de producir una mayor esferoidización del silicio, antes de iniciar los tratamientos de envejecimiento.

Se ha experimentado el temple en agua a temperatura ambiente y a 85 °C. En el segundo caso se pretenden reducir las tensiones y deformaciones producidas por el choque térmico.

Finalmente se ha estudiado el efecto de tratamientos de envejecimiento en varias etapas.

2. PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL

Para realizar este trabajo se han utilizado piezas de aluminio A357 conformadas por New Rheocasting (NRC). La composición de la aleación se indica en la Tabla 1 y las piezas conformadas (soporte pastillas de freno) se muestran en la Figura 1.

Si	Mg	Cu	Fe	Mn
6,13	0,450	0,0084	0,106	0,0029
Zn	Ti	Sr	Al	
0,0069	0,14	0,0218	93,1	

Tabla 1. Composición química de la aleación A357 (% en peso).

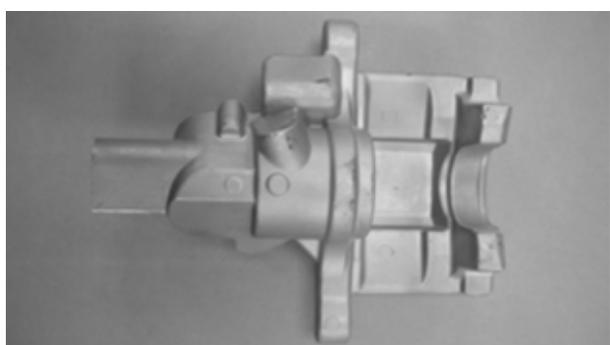


Figura 1. Soporte pastillas de freno conformado NRC.

Los tratamientos térmicos se han realizado en probetas de 2 cm³ utilizando un horno con enfriamiento controlado y circulación forzada de aire, con precisión de ± 1°C.

Para la determinación de las durezas se utilizó el método Brinell, con una carga de 62,5 Kg y un diámetro de bola de 2,5 mm (UNE-EN ISO 6506-1).

Para los ensayos de tracción se mecanizaron probetas de métrica 6, con un diámetro de caña de 4 mm, siguiendo la norma EADS IGC 04.21.111. Los ensayos de tracción se realizaron en una máquina ZWICK Z100/TL3S según la norma EN 10002-1, con ajuste de velocidad de deformación de 1,6·10⁻³ s⁻¹ y mediante control de desplazamiento

Los tratamientos térmicos realizados se indican en la Tabla 2. La Figura 2 describe la secuencia de los tratamientos T6I6. La primera etapa de estos tratamientos (A) es una puesta en solución de 11 h, seguida de una etapa de envejecimiento (B) a 170 °C durante tiempos de 2 y 3h y enfriamiento en agua. A continuación se realizaron ensayos de envejecimiento natural (T6I6a) y artificial a baja temperatura, (T6I6b), a diferentes tiempos (C). Finalmente se realizó una última etapa de envejecimiento a 170 °C (D).

Designación	Disolución [°C – h] (Etapa A)	Temple [°C]	Envejecimiento [°C – h]		
			Etapa B	Etapa C	Etapa D
T6	540 - 6	23	160-6	-	-
T6a	540 - 11	23	160-6	-	-
T6b	540 - 11	85	160-6	-	-
T6I6a	540 - 11	23	170-2	23 ⁽¹⁾	-
T6I6b	540 - 11	23	170-2	65 ⁽²⁾	170 ⁽³⁾
T6I6c	540 - 11	23	170-3	23 ⁽¹⁾	-
T6I6d	540 - 11	23	170-3	65 ⁽²⁾	-

(1) hasta 240 h, (2) hasta 24 h, (3) hasta 4 h

Tabla 2. Tratamientos térmicos

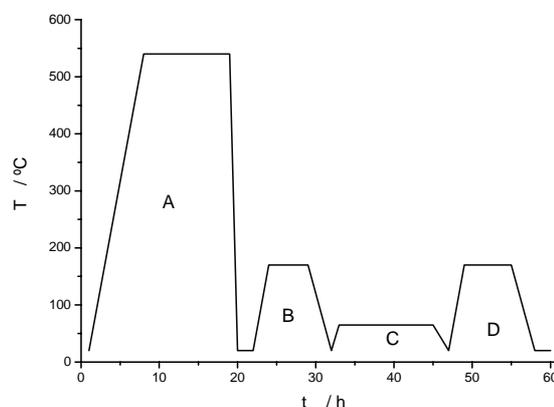


Figura 2. Esquema de los tratamientos térmicos.

Los tratamientos térmicos T6a, T6b y T6I6 se han realizado en todos los casos con un tiempo de puesta en solución de 11 h. El envejecimiento artificial en los tratamientos T6, T6a y T6b se ha realizado a 160°C.

De acuerdo con los resultados obtenidos por otros investigadores en las aleaciones de aluminio [4], los máximos valores de dureza por procesos de envejecimiento en varias etapas, se obtienen cuando el tratamiento en la primera etapa (B) alcanza entre un 50-80% de la dureza correspondiente a un tratamiento T6 convencional.

La optimización del tratamiento térmico para la aleación de aluminio A357 T6I6 se ha realizado analizando la evolución de la dureza durante las etapas C y D (Fig. 2).

Con la secuencia óptima de tratamiento se procedió a obtener probetas de tracción.

3. RESULTADOS EXPERIMENTALES Y DISCUSIÓN

En la Figura 3 se presentan los valores de dureza obtenidos en la etapa C. El valor más alto de dureza Brinell de esta etapa se obtuvo con el envejecimiento a 65°C 6 h, con muestras procedentes del envejecimiento a 170°C 2 h (etapa B), siendo la dureza alcanzada de 102 HB (T6I6b). Finalmente se realizó la última etapa de envejecimiento en estas probetas, obteniendo el mayor valor de dureza a las 2 horas de tratamiento (etapa D).

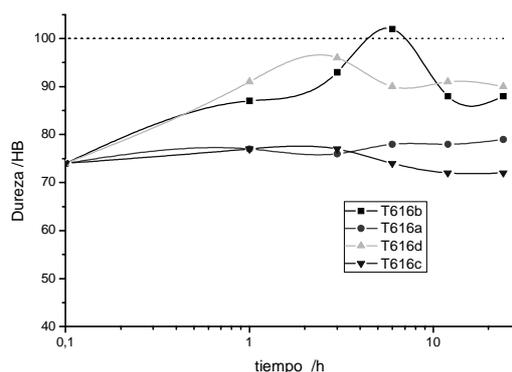


Figura 3. Evolución de la dureza en la etapa C de los tratamientos T6I6.

A continuación se procedió a tratar térmicamente probetas con el tratamiento T616b cuya secuencia es la siguiente: (540°C - 11h) + (170 °C - 2h) + (65°C - 6h) + (170°C - 2h).

Los resultados de estos tratamientos se comparan con los resultados de los ensayos de tracción de probetas T6a y T6b (ver Tabla 3). Podemos observar que el temple en agua a 85°C (T6b) no altera las propiedades mecánicas, y con los tratamientos multietapa (T616b) se ha incrementado el alargamiento en un 33% respecto los otros tratamientos.

En la misma tabla se comparan los resultados con los de un tratamiento térmico T6 convencional, y con los de un material en estado de puesta en solución durante 11 h y temple (W).

Estado	ϵ /%	$\sigma_{0,2\%}$ /MPa	$\sigma_{m\acute{a}x}$ /MPa
T616	16	262	336
T6a	12	250	321
T6ac	12	251	327
T6	10,5	280	360
W	27	74	201

Tabla 3. Resultados de los ensayos de tracción.

En las Figs. 4 y 5 se muestra la evolución del silicio eutéctico con los tratamientos realizados. En ambas micrografías puede verse esta fase esferoidizada y de tamaño considerablemente mayor que la de un material bruto de colada, como se muestra en la Figura 6.

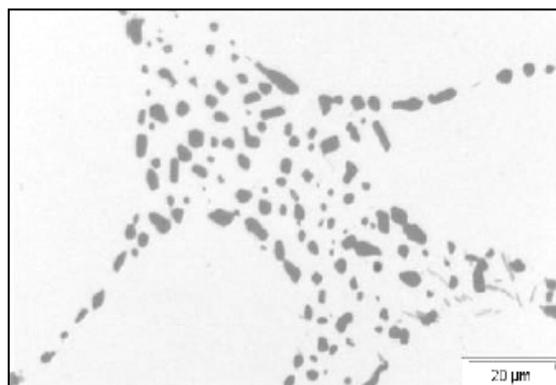


Figura 4. Microestructura de las muestras con T6

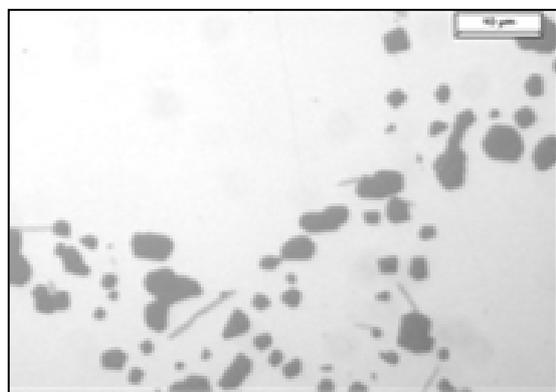


Figura 5. Microestructura de las muestras con T616

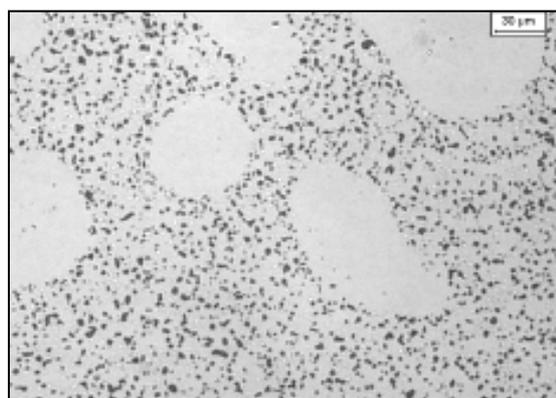


Figura 6. Microestructura de muestras sin tratamiento térmico

El análisis mediante microscopía electrónica de barrido de las superficies de fractura de las probetas de tracción muestra en todos los casos una fractura dúctil, con la formación de hoyuelos de pequeño tamaño en la fase alfa (Figs. 7 y 8), y de micro hoyuelos, aún más finos, en las regiones eutécticas (Figura 9), fenómeno ya puesto de manifiesto en anteriores trabajos.

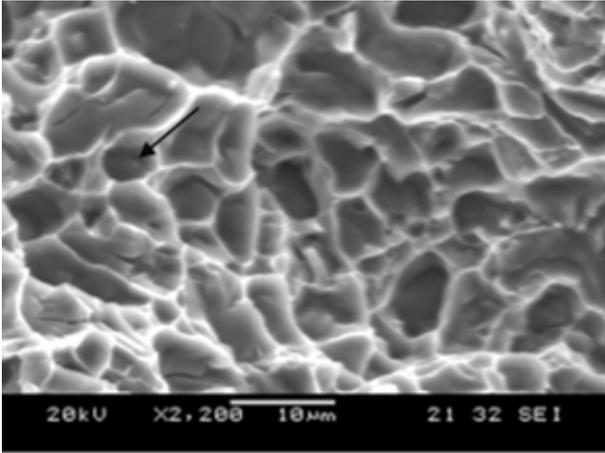


Figura 7. A357 NRC T6.

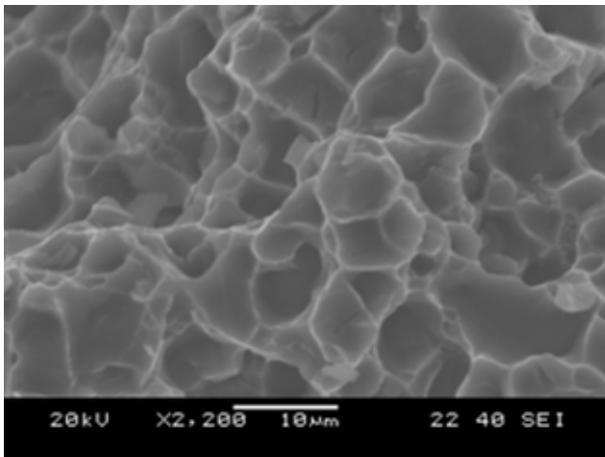


Figura 8. A357 NRC T6a

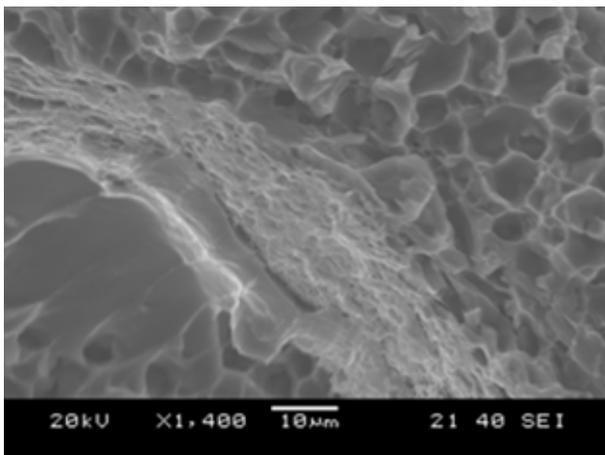


Figura 9. A357 NRC T6I6b

Los mecanismos de fractura son similares para las diferentes probetas analizadas, con un tamaño de los hoyuelos equivalente.

La diferencia detectada ha sido la prácticamente nula presencia en las superficies de fractura de partículas de

silicio en las probetas sometidas a tratamientos prolongados de puesta en solución, partículas que si son observables en las probetas con un tratamiento T6 convencional.

4. CONCLUSIONES

En tratamientos térmicos de larga puesta en solución, el envejecimiento interrumpido proporciona una mejora del alargamiento de un 33%, con un mantenimiento de resistencia a tracción y límite elástico, lo que hace adecuado este tratamiento para aquellos componentes que requieran gran ductilidad.

AGRADECIMIENTOS

Los autores desean agradecer al Ministerio de Educación y Ciencia la ayuda recibida a través del proyecto CICYT DPI2005-02456.

REFERENCIAS

- [1] R.N. Lumley, I.J. Polmear, A.J. Morton. *Interrupted aging and secondary precipitation in aluminium alloys*. Materials Science and Technology, 19, pag. 1483-1490, 2003.
- [2] S. Esmaili, W.J. Poole, D.J. Lloyd. *Precipitation hardening behaviour during single-step and two-step heat treatment of AA6111*. Proceedings from Materials Solutions Conference, Indianapolis, pag. 243-247, 2001.
- [3] M.J. Couper, I.J. Polmear. *Quench sensitivity in some rapidly solidified aluminium alloys*. Journal of Materials Science Letters, vol 6, pag 922-924, 2003.
- [4] R.N. Lumley, I.J. Polmear, A.J. Morton. *Novel ageing treatments to enhance mechanical properties of aluminium alloys*. Proceedings from Materials Solutions Conference, Indianapolis, pag. 248-254, 2001.
- [5] R.N. Lumley, I.J. Polmear, A.J. Morton. *Development of properties during secondary ageing of aluminium alloys*. Materials Science Forum, vol 426-432, pag. 303-309, 2003.
- [6] A. Forn, M. T. Baile, E. Martín: *Effect of Heat Treatments in the Silicon Eutectic Crystal Evolution in Al-Si Alloys*, Materials Science Forum 480-481, pag. 367-372, 2005.
- [7] A. Forn, M. Baile, J.A. Picas, E. Martín. *Propiedades mecánicas y análisis fractográfico de componentes AlSiMg conformados en estado semisólido*. Anales de Mecánica de la Fractura, vol 22, pag. 190-196, 2005.

MECANISMO DE CLIVAJE A MUY BAJAS TEMPERATURAS EN ACEROS DE ALTA RESISTENCIA

R. Rodríguez-Martín, I. Ocaña, A. Martín-Meizoso

CEIT y TECNUN
 Paseo de Manuel Lardizábal, 15, 20018-San Sebastián, España
 E-mail: rrodriguez@ceit.es

RESUMEN

Los aceros de alta resistencia se emplean para aumentar la capacidad de soportar carga de los componentes. Sin embargo, para garantizar seguridad en el diseño, es necesario combinar la resistencia con un valor adecuado de tenacidad a fractura. En el presente trabajo se ha estudiado la tenacidad a muy bajas temperaturas de 3 aceros de alta resistencia cuyos límites elásticos varían entre 460 y 890 MPa. Partiendo de evidencias experimentales, se propone un nuevo mecanismo de clivaje a muy bajas temperaturas. El mecanismo tiene en cuenta la posibilidad de que la tensión ideal de clivaje (tensión requerida para separar un sólido monocristalino a lo largo de un plano cristalográfico) sea alcanzada en zonas muy localizadas dentro de la probeta ensayada. Así mismo, se ha realizado un modelo computacional sencillo capaz de calcular la carga macroscópica necesaria para producir la fractura catastrófica de estos aceros.

ABSTRACT

High strength steels are used to increase the load carrying capacity of components. However, for safe design, it is also necessary to combine strength and adequate fracture toughness. In this paper, fracture toughness of three high strength steels with yield strengths varying from 460 to 890 MPa has been studied at very low temperatures. Taking into account experimental evidences, a new mechanism of cleavage at very low temperatures is proposed. This mechanism considers the possibility of reaching the ideal strength (the stress at which the lattice of a single crystal losses its stability) in the immediate vicinity of the fatigue crack tip. Likewise, a computational model able to calculate the external load needed to produce a catastrophic failure of these steels has been developed.

ÁREAS TEMÁTICAS PROPUESTAS: Fractura de Materiales Metálicos.

PALABRAS CLAVE: Tenacidad, Tensión Ideal de Clivaje, Aceros de Alta Resistencia.

1. INTRODUCCIÓN

El mecanismo de clivaje en aceros sometidos a bajas temperaturas depende en gran medida del valor de la misma. A muy bajas temperaturas (p. ej. probetas sumergidas en nitrógeno líquido) hay evidencia experimental de que la fractura se desencadena mediante un mecanismo de nucleación múltiple, mientras que, a temperaturas no tan extremadamente bajas, pero igualmente dentro de la región de comportamiento frágil, el fallo catastrófico del material tiene lugar a partir de un único núcleo de fractura [1,2].

El presente trabajo se centra en el estudio del mecanismo de clivaje a muy bajas temperaturas y tiene en cuenta la posibilidad de que la tensión ideal de clivaje se alcance en la estructura del acero. La tensión ideal de clivaje se define como la tensión necesaria para separar un sólido a lo largo de un determinado plano cristalográfico (el (100) para el caso de las estructuras cúbicas de cuerpo centrado, *bcc*). Esta tensión únicamente depende de las fuerzas de unión entre los átomos que constituyen el sólido y de la temperatura. Dado que los materiales contienen en su estructura cristalina una gran cantidad de imperfecciones, a temperaturas moderadamente bajas la presencia de estos

defectos hace que la fractura frágil tenga lugar a tensiones significativamente inferiores a la tensión ideal. De este modo, la tensión ideal se alcanzaría exclusivamente en los materiales libres de defectos (como en el caso de un sólido monocristalino) [3]. Sin embargo, a muy bajas temperaturas, la ausencia de deformación plástica debido a la falta de movilidad de los defectos [4], permite suponer, para zonas muy localizadas sometidas a grandes concentraciones de tensiones (tales como la punta de una grieta), un comportamiento semejante entre un acero y un material libre de defectos.

Por otro lado, a muy bajas temperaturas, la tenacidad a fractura presenta una menor dispersión lo cual sugiere un mecanismo de clivaje controlado por tensión para los diferentes aceros independientemente de su microestructura.

2. MATERIAL Y TÉCNICAS EXPERIMENTALES

En este estudio se han empleado 3 aceros cuyos límites elásticos a temperatura ambiente varían entre 460 y 890 MPa. Todos ellos fueron producidos industrialmente y

sometidos a tratamientos de templeado y revenido. En la tabla 1 se resume la composición química de los 3 aceros.

% peso	P460Q	P690Q	S890Q
C	0.13	0.14	0.15
Si	0.32	0.31	0.29
Mn	1.38	0.83	1.39
Cr	0.164	0.613	0.290
Mo	0.054	0.420	0.559
Ni	0.38	1.01	0.13
Al	0.032	0.041	0.067
Cu	0.19	0.27	0.15
V	0.032	0.051	0.030
B	0.0006	0.0028	0.0028

Tabla 1. Composición química de los aceros.

La tenacidad a muy bajas temperaturas de los diferentes aceros se determinó mediante ensayos cuasiestáticos de mecánica de la fractura empleando probetas compactas CT con orientación TL, previamente agrietadas por fatiga. La geometría de la probeta se muestra en la figura 1. Los ensayos se realizaron a 77 K, sumergiendo tanto las probetas como las mordazas en nitrógeno líquido. Tanto el preagrietamiento por fatiga como los ensayos de fractura se llevaron a cabo siguiendo la norma ESIS P2-91D [5].

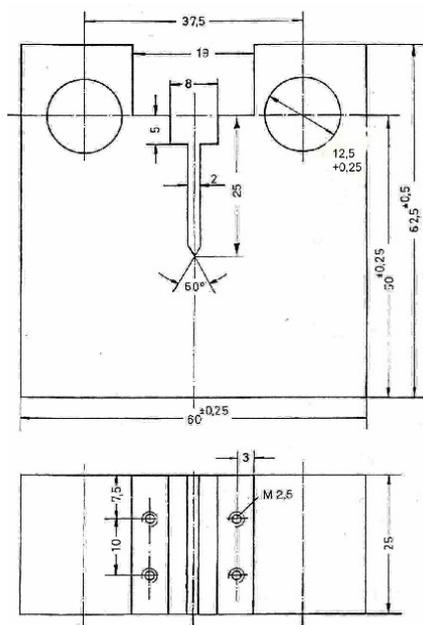


Figura 1. Geometría de las probetas CT.

Una vez ensayadas las probetas, las superficies de fractura se examinaron mediante un microscopio electrónico de barrido Philips XL30 con el objetivo de determinar los lugares de nucleación de la fractura frágil. De igual modo, se llevaron a cabo medidas del

enromamiento de la punta de la grieta directamente sobre imágenes de SEM de las probetas rotas y empleando la técnica de pares estereográficos [6]. Estas medidas permitieron estimar de manera más precisa el estado de tensiones en la punta de la grieta.

3. RESULTADOS Y DISCUSIÓN

3.1. Ensayos de Mecánica de la Fractura

En la tabla 2 se muestran los resultados de tenacidad a fractura de los 3 aceros a 77 K. Los valores del factor de intensidad de tensiones K_{IC} se han obtenido en cada caso promediando los resultados de 10 ensayos.

Acero	K_{IC} (MPa√m)
P460Q	41 ± 7
P690Q	42 ± 6
S890Q	32 ± 3

Tabla 2. Valores de tenacidad para los 3 aceros (media y desviación típica de la población).

3.2. Fractografía

Se realizó un estudio fractográfico exhaustivo de las probetas rotas para determinar los lugares de nucleación. En todos los aceros se observó la presencia de múltiples inicios de fractura, todos ellos muy cercanos al frente de fatiga (dentro de las primeras 20 μm). La figura 2 muestra un ejemplo de este hecho.

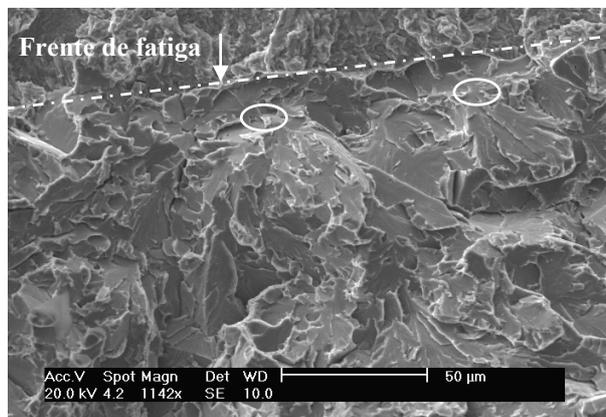


Figura 2. Fractografía de una probeta del acero P460Q. En la foto se observan 2 lugares de nucleación muy próximos al frente de fatiga.

3.3. Modelo

3.3.1 Hipótesis

La presencia de iniciación múltiple junto con la baja dispersión en los valores de la carga macroscópica necesaria para producir la fractura están de acuerdo con un mecanismo de iniciación de la fractura controlado por tensión [7].

A partir de las observaciones experimentales se ha desarrollado un modelo sencillo capaz de predecir la carga macroscópica necesaria para producir la fractura catastrófica de estos aceros alcanzando la tensión ideal en algún punto de su estructura.

El modelo parte de la realidad experimental de que, previamente a la realización del ensayo de fractura, se crece una grieta afilada mediante fatiga. Esta grieta de fatiga muestrae el material, intersecando un gran número de cristalitas (granos). El modelo propone que la tensión ideal de clivaje se alcanza en el grano cuyo plano {100} se encuentra mejor orientado con respecto a la fuerza externa aplicada. Una vez que este grano rompe, la carga externa aplicada se redistribuye entre los granos del frente que quedan intactos. Esta redistribución se ha supuesto global y uniforme a lo largo de todo el frente de la grieta (una redistribución local de la carga, quizá más cercana al caso real, no afecta significativamente a los resultados). De esta manera se dispara la fractura en cadena de los granos, no necesariamente adyacentes, en el frente de fatiga (múltiples inicios de fractura) que conduce a la fractura catastrófica de la muestra.

Una descripción más detallada de este mecanismo se presenta en otra comunicación de este mismo volumen.

3.3.2 Validación

Se ha validado el modelo con los resultados experimentales obtenidos siguiendo el argumento que sigue.

Puesto que los ensayos se han realizado a temperaturas extremadamente bajas, las dislocaciones carecen de movilidad [4] y se puede suponer que no existe deformación plástica. Una posible verificación experimental de la escasa o nula plasticidad alrededor de la punta de la grieta consiste en la medida de los enromamientos observados en las probetas ensayadas. McMeeking [8] propone una ecuación (1) sencilla para evaluar el enromamiento a partir del campo remoto caracterizado por K :

$$\delta_i = \frac{0.6K^2}{\sigma_0 E} \left[\frac{2}{\sqrt{3}}(1+\nu)(1+N) \frac{\sigma_0}{NE} \right]^N \quad (1)$$

donde K es el factor de intensidad de tensiones, ν y E el módulo de Poisson y el módulo de Young respectivamente, σ_0 el límite elástico y N el coeficiente de endurecimiento por deformación supuesta una ley de Hollomon:

$$\sigma = \sigma_0 \left(\frac{\epsilon}{\epsilon_0} \right)^N \quad (2)$$

Con la ecuación (1) se ha calculado por un lado, el enromamiento producido en las probetas tras someterlas al preagrietamiento por fatiga a temperatura ambiente y por otro el esperable, en el caso de que hubiera deformación plástica durante el ensayo de fractura a 77 K. Para que la hipótesis de la no existencia de deformación plástica durante el ensayo de fractura a 77 K sea válida, la medida del enromamiento directamente sobre las probetas ensayadas debería coincidir con el valor predicho por la ecuación de McMeeking para un ensayo de fatiga a temperatura ambiente. La tabla 3 muestra los resultados del enromamiento teórico producido en ambos ensayos y la medida experimental.

Material	$\delta_i @ RT (\mu\text{m})$ Fatiga [8]	$\delta_i @ 77 K (\mu\text{m})$ Carga [8]
P460Q	2.25	5.5
P690Q	2.35	4.23
S890Q	2.035	2.22

Tabla 3. Predicción del enromamiento de acuerdo con la ecuación de McMeeking [8].

La figura 3 muestra un detalle de la punta de la grieta de fatiga y del comienzo de la propagación frágil. Como se ve en la micrografía, dado el pequeño tamaño de la zona de enromamiento, realizar medidas precisas de su magnitud resulta complicado. Siguiendo la técnica de pares estereográficos se ha estimado la diferencia de cotas entre la superficie de fatiga y la primera faceta de clivaje (Figura 4). La media de estas medidas experimentales debe corresponderse con la mitad de la apertura de enromamiento obtenida a través de la ecuación de McMeeking. La tabla 4 muestra los resultados.

Como puede observarse comparando las tablas 3 y 4, el valor del enromamiento real se aproxima más al valor predicho por McMeeking para un ensayo de fatiga a temperatura ambiente que al esperable en caso de producirse deformación plástica durante el ensayo de fractura. Este hecho apoya la hipótesis de deformación exclusivamente elástica en la inmediata vecindad de la punta de la grieta durante el ensayo.

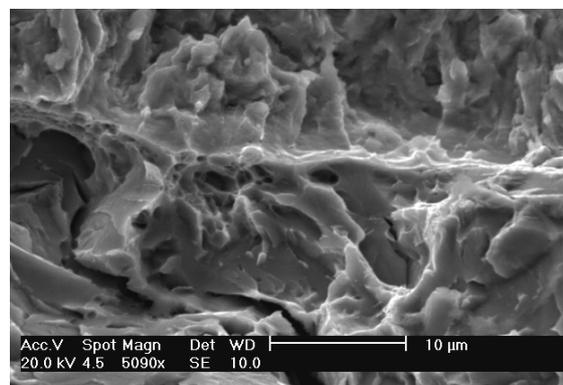


Figura 3. Enromamiento producido en una probeta del acero P690Q.

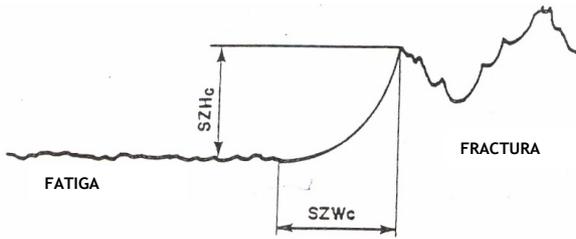


Figura 4. Esquema de la diferencia de cotas entre las superficies de fatiga y de fractura.

Material	$h \sim \delta/2$ (μm)
P460Q	1.1
P690Q	1.08
S890Q	1.2

Tabla 4. Enromamiento medido sobre las probetas rotas empleando la técnica de pares estereográficos.

Por otro lado, si no se da deformación plástica, se puede utilizar una aproximación elástica para describir el campo de tensiones en la punta de la grieta. Tal es el caso de los campos propuestos por Creager para entallas romas [9]:

$$\sigma_y = \frac{K_I}{(2\pi r)^{1/2}} \cos \frac{\theta}{2} \left[1 + \frac{\sin \theta}{2} \frac{\sin 3\theta}{2} \right] + \frac{K_I}{(2\pi r)^{1/2}} \frac{\rho}{2r} \cos \frac{3\theta}{2} \quad (3)$$

donde r y θ son las coordenadas polares, y ρ es el radio de curvatura de la punta de la grieta enromada.

Como una primera aproximación se ha calculado el campo de tensiones exactamente en la punta de la grieta enromada suponiendo $r = \delta_i/2$. Esta consideración parece razonable teniendo en cuenta los resultados experimentales que muestran la presencia de los núcleos de fractura muy próximos al frente de fatiga. Por lo tanto simplificando de esta manera la ecuación (3) obtenemos:

$$\sigma_y = K_I \sqrt{\frac{2}{\pi \delta_i}} \quad (4)$$

En las ecuaciones (3) y (4) únicamente se ha tenido en cuenta la componente tractiva del campo de tensiones dado que la carga macroscópica se ha aplicado en esta dirección.

La ecuación (4) proporciona una relación directa entre la carga remota aplicada a través de K y la tensión en la punta de la grieta. Para que tenga lugar el clivaje siguiendo el mecanismo propuesto, esa tensión debe igualar a la tensión ideal de clivaje. La tensión ideal de clivaje ha sido estudiada por numerosos autores

utilizando cálculos ab-initio [10-12]. En este artículo se ha considerado un valor de 13 GPa para dicha tensión. Como se ha explicado con anterioridad, una vez que ese valor crítico se ha alcanzado en uno de los granos del frente de fatiga y tras un reparto global de la carga, se produce la fractura catastrófica del material.

En la tabla (5) se resumen los valores del factor de intensidad de tensiones K y de la fuerza macroscópica F , calculados mediante la ecuación (4) junto con los valores medidos experimentalmente. En esta ocasión se muestra el rango de valores experimentales obtenidos y no únicamente valores medios.

Material	P460Q	P690Q	S890Q
$\delta_i @ RT$ (μm)	2.25	2.35	2.035
$F_{mod} @ 77K$ (kN)	10.6	10.6	9.9
$F_{exp} @ 77K$ (kN)	14 - 20	15 - 22	11 - 15
$K_{mod} @ 77K$ ($\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$)	24.4	25.0	23.2
$K_{IC} @ 77K$ ($\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$)	32 - 54	34 - 53	25 - 35

Tabla 5. Comparación de los resultados experimentales con los valores obtenidos por el modelo propuesto en este artículo.

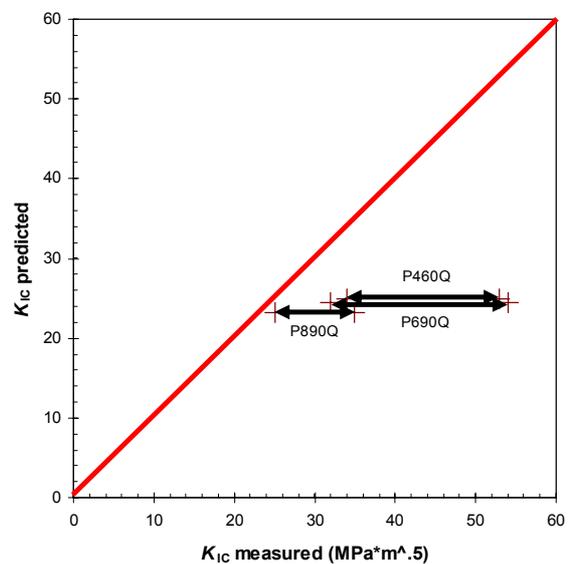


Figura 4. Valores predichos por el modelo para la tenacidad (K) frente a los resultados experimentales.

En la figura 4 se realiza una comparación de los valores reales de K frente a la predicción del modelo. El método descrito es un estudio muy básico del proceso y en consecuencia proporciona un límite inferior para la tenacidad de estos aceros. En cualquier caso, el modelo captura correctamente la tendencia observada experimentalmente (el acero S890Q presenta un valor de tenacidad a la fractura inferior a los otros dos). Así

mismo, la discrepancia entre los valores predichos por el modelo y los experimentales es menor en el caso del S890Q. En este último acero, la deformación plástica esperable es menor, al ser su límite elástico mayor (debe recordarse aquí que las eventuales deformaciones plásticas han sido despreciadas en el modelo).

Por otra parte, cabe esperar que una mejor descripción de los campos de tensiones alrededor de la punta de la grieta de fatiga permita mejorar las estimaciones realizadas hasta ahora. El siguiente paso natural será mejorar la estimación del estado de tensiones incluyendo las tensiones residuales compresivas inherentes al crecimiento previo por fatiga de una grieta afilada. Todo esto permitirá una mejor estimación de la fractura por clivaje a bajas temperaturas.

4. CONCLUSIONES

La fractura frágil de los aceros presenta diferentes características en función de la temperatura a la que éstos están sometidos. A temperaturas moderadamente bajas se observa la presencia de un único inicio desencadenante de la fractura. Sin embargo, las probetas rotas a muy bajas temperaturas (77 K) presentaron múltiples núcleos de fractura todos ellos situados muy próximos al frente de fatiga.

Partiendo de las observaciones experimentales se ha desarrollado un modelo sencillo capaz de predecir la tenacidad en condiciones tan extremas de temperatura. El modelo se basa en la hipótesis de que la fractura se desencadena debido a que la tensión ideal de clivaje se alcanza en algún punto de la estructura del acero.

El modelo predice correctamente las diferencias observadas experimentalmente entre los diferentes materiales ensayados y proporciona un límite inferior en el valor de tenacidad de estos aceros.

5. AGRADECIMIENTOS

Los autores desean agradecer la financiación recibida en el proyecto europeo CECA (ECSC) con contrato número: 7210-PD 312. Uno de los autores (RR) también quiere agradecer a FEUN (Fundación Empresa Universidad de Navarra) la beca recibida.

6. REFERENCIAS

[1] Martín-Meizoso, A., Ocaña-Arizcorreta, I., Gil-Sevillano J. y Fuentes-Pérez, M., "Modelling Cleavage Fracture of Bainitic Steels", *Acta Metall. Mater*, 42, 2057-2068, 1994.

[2] Yu, S.R., Yan, Z.G., Cao, R., and Chen, J.H., "On the change of fracture mechanism with test temperature", *Eng. Fract. Mech.*, 73, 331-347, 2006.

[3] Kelly, A. and Macmillan N. H., "Strong Solids", *Oxford University Press*, New York, 1986.

[4] Rice, J.R., "Mechanics of Crack Tip Deformation and Extension by Fatigue", *Fatigue Crack Propagation, ASTM STP 415*, Am. Soc. Testing Mats., 247-311 1967.

[5] ESIS procedure for determining the fracture behavior of materials. ESIS P2-91D.

[6] Viviente, J. L., *Tesis Doctoral*, Universidad de Zaragoza, San Sebastián, 1993.

[7] Ritchie, R. O., Knott, J. F. and Rice, J. R., "On the Relationship Between Critical Tensile Stress and Fracture Toughness in Mild Steel", *J. Mech. Phys. Solids*, 21, 395-410, 1973.

[8] McMeeking, R.M., "Finite Deformation Analysis of Crack-Opening in Elastic-Plastic Materials and Implications for Fracture", *J. Mech. Phys. Solids*, 25, 357-381, 1977.

[9] Creager, M., Paris, P.C., "Elastic Field Equations for Blunt Cracks with Reference to Stress Corrosion Cracking", *Int. J. of Fracture*, 3, 247-252, 1967.

[10] Clatterbuck, D.M., Chrzan, D.C. and Morris, J.X., "The ideal strength of iron in tension and shear", *Acta Mater.*, 51, 2271-2283, 2003.

[11] Krenn, C.R., Roundy, D., Morris, J.W., Cohen, Marvin L., "Ideal strengths of bcc metals", *Mat. Sci. Eng. A319-321*, 111-114, 2001.

[12] Friak, M., Sob, M. and Vitek, V., "Ab initio calculation of tensile strength in iron", *Phil. Mag.*, 83, 3529-3537, 2003.

EL TRATAMIENTO DEL CONFINAMIENTO EN LAS EVALUACIONES DE INTEGRIDAD ESTRUCTURAL

S. Cicero¹, R.A. Ainsworth², F. Gutiérrez-Solana¹, J.A. Álvarez¹

¹ Dpto. Ciencia e Ingeniería del Terreno y de los Materiales, ETS Ingenieros de Caminos, Canales y Puertos, Universidad de Cantabria, Av. Los Castros s/n, 39005-Santander, España.

E-mail: ciceros@unican.es

Tfno: 942 20 09 17. Fax: 942 20 18 18

² British Energy Generation Ltd,

Barnett Way, Barnwood, Gloucester, GL4 3RS, Reino Unido.

E-mail: Bob.ainsworth@british-energy.com

RESUMEN

La tensión hidrostática y las tensiones principales en el entorno del frente de una fisura son menores en componentes estructurales sometidos a cargas de tracción y con defectos superficiales que en componentes sometidos a cargas de flexión y con defectos profundos. Esto provoca que en el primero de los casos las cargas de rotura reales puedan ser mucho mayores que las calculadas mediante el uso del valor de tenacidad a fractura obtenido de probetas fuertemente flexionadas y con fisuras muy profundas. Este fenómeno se denomina “pérdida de confinamiento” y algunos de los procedimientos de evaluación de componentes fisurados (R6, SINTAP) proporcionan metodologías para estimar el correspondiente aumento de la carga de rotura. De forma más general, también existe bajo confinamiento en el entorno de defectos tipo entalla o de pequeñas fisuras que nacen del frente de una entalla.

En el marco del proyecto FITNET (European FITness for Service NETwork) se han desarrollado métodos que analizan los efectos del confinamiento tanto para el caso de defectos superficiales y cargas de tracción como para el caso de entallas o fisuras que nacen de entallas. Tras una introducción teórica sobre el confinamiento, este artículo describe los procedimientos propuestos en el FITNET para el análisis de este fenómeno. En concreto, se trata de tres procedimientos separados para el tratamiento de fisuras, entallas y fisuras que nacen de entallas. Finalmente se analiza la posibilidad de combinar estos procedimientos para generar un único modelo que sea capaz de analizar de forma global el problema del confinamiento.

ABSTRACT

Shallow cracks in components subjected to tension have lower hydrostatic and maximum principal stresses near the crack tip than deep cracks in bending stress fields. These lower stresses near the crack tip lead to increased load carrying capacity compared to that estimated using the fracture toughness obtained from deeply cracked bend specimens. This is referred to as 'loss of constraint' and fracture assessment procedures such as R6 contain methods for estimating the increased load carrying capacity under these conditions. More generally, low constraint occurs near blunt notches and at small cracks emanating from such notches.

Within the European project FITNET, methods are being developed to address constraint effects both for shallow cracks and for notches and cracks at notches. After an initial review, this paper describes the constraint procedures being developed within FITNET. These are separate procedures for cracks, notches and cracks at notches. The paper then discusses how these separate procedures might, in the future, be combined to produce an overall constraint procedure.

ÁREAS TEMÁTICAS PROPUESTAS: Fractura de Materiales Metálicos o Aplicaciones Prácticas en Ingeniería.

PALABRAS CLAVE: Confinamiento, entalla, FITNET.

1. INTRODUCCIÓN

Una fuente de conservadurismo implícita en muchas evaluaciones de integridad estructural es el hecho de que el valor de la tenacidad a fractura utilizado en el cálculo es obtenido a partir de probetas con fisuras profundas sometidas a cargas predominantemente flectoras, de acuerdo con las distintas normas existentes. Sin embargo puede observarse que la resistencia a fractura del material es mayor cuando los ensayos se realizan sobre

probetas con fisuras superficiales y/o sometidas a cargas de tracción [1-2]. Estas condiciones dan lugar a tensiones hidrostáticas y tensiones principales máximas menores en el frente de fisura, lo que genera un menor grado de confinamiento y un aumento de la resistencia a fractura (tanto frágil como dúctil) del material.

En los últimos años han habido muchos intentos de cuantificar la dependencia geométrica de la resistencia a fractura del material mediante el uso de los

denominados parámetros de confinamiento [2-3]. Esto ha generado metodologías para incorporar el confinamiento a las evaluaciones a fractura, tal y como se describe en el apartado 2.1.

Hay situaciones en las que los defectos responsables del fallo estructural no son fisuras, si no que tienen un radio finito en el fondo de los mismos. Estos defectos se denominan entallas y su tratamiento bajo la hipótesis de que se comportan como fisuras puede ser excesivamente conservador [7]. Los materiales entallados desarrollan una tenacidad aparente mayor que la tenacidad obtenida de probetas fisuradas [8] debido a la pérdida de confinamiento que se produce en el fondo de entalla. En el apartado 2.2 se muestran distintos métodos para la evaluación de componentes estructurales entallados.

A pesar de que fisuras y entallas pueden aparecer por separado, puede darse también el caso de fisuras que nacen del fondo de una entalla. En general, una fisura de este tipo puede evaluarse de forma conservadora considerando que su profundidad es igual a la suma de las longitudes de la entalla y la fisura. Una evaluación de este tipo resultará suficientemente satisfactoria si las fisuras nacen de entallas afiladas pero puede ser excesivamente pesimista cuando las entallas son romas. A su vez, fisuras muy cortas en entallas muy afiladas requieren una especial atención debido a los efectos localizados de la plasticidad. Recientemente la NASA ha desarrollado una metodología detallada [9] para la evaluación de fisuras en entallas, la cual es recogida en la sección 2.3.

En el marco del proyecto FITNET [10] se han desarrollado procedimientos para la evaluación de los tres casos anteriormente mencionados (fisuras, entallas y fisuras en entallas). En el caso de las fisuras se han ampliado los métodos del R6 [11] incluyendo comentarios y aplicaciones del proyecto VOCALIST [12]. Los contenidos del FITNET en materia de confinamiento son descritos en el apartado 3, recogiendo un procedimiento distinto para cada caso. Sin embargo, dado que los micromecanismos que controlan la rotura son los mismos en las tres situaciones debería ser posible desarrollar un procedimiento global para la evaluación de la pérdida de confinamiento. Este aspecto se discute en el apartado 4, recogiendo las conclusiones en el apartado 5.

2. METODOLOGÍAS ACTUALES

2.1. Fisuras

Son varias las teorías o metodologías existentes para el análisis del confinamiento en estructuras fisuradas. Las más comúnmente aceptadas son la mecánica de la fractura biparamétrica, las aproximaciones locales y los métodos energéticos.

Tomando la integral J como la fuerza motriz, la mecánica de la fractura biparamétrica asume que el

crecimiento de fisura a lo largo del frente, s, está gobernado por la expresión [13]:

$$J(s; P, a) = J_R(\Delta a(s), \kappa(s), \text{Temperature}) \quad (1)$$

en donde P es la carga aplicada, a es la longitud de fisura, κ es el parámetro de confinamiento y J_R es una función del material que depende del crecimiento de fisura, Δa .

Se han propuesto diferentes parámetros de confinamiento. Los más utilizados son la tensión T, el parámetro Q y el parámetro h.

La tensión T se define como el segundo término de la serie de Williams para el campo elástico de tensiones en el frente de una fisura:

$$\sigma_{ij} = \frac{K_I}{\sqrt{2\pi r}} f_{ij}(\theta) + T\delta_{ij} \quad (2)$$

en donde K_I es el factor de intensidad de tensiones, δ_{ij} es la delta de Kronecker y $f_{ij}(\theta)$ son funciones de posición en el entorno del frente de fisura.

Los campos de tensiones y deformaciones en el interior de la zona plástica (asumiendo la teoría de pequeñas deformaciones) pueden expresarse de forma aproximada como la solución HRR más un término adicional que representa términos de mayor orden. O'Dowd y Shih [4] proponen la siguiente formulación:

$$\sigma_{ij} = (\sigma_{ij})_{HRR} + Q\sigma_0\delta_{ij} \quad (3)$$

en donde σ_0 es el límite elástico. Estos autores definen el parámetro Q en base a la tensión normal al plano de la fisura:

$$Q = \frac{\sigma_{yy} - (\sigma_{yy})_{T=0}}{\sigma_0} \quad (4)$$

En condiciones de plastificación a pequeña escala, T y Q están relacionados entre sí, siendo la relación dependiente del comportamiento plástico del material.

Finalmente, el parámetro h se define como:

$$h(r, \theta) = \sigma_h / \sigma_e \quad (5)$$

en donde σ_h es la tensión hidrostática y σ_e es la tensión efectiva de von Mises.

No hay un acuerdo general acerca de cuál de estos parámetros de confinamiento es el más adecuado. Hay distintas consideraciones a tener en cuenta, como por ejemplo, la simplicidad de uso o la disponibilidad de datos. Sin embargo, cualquiera que sea el parámetro elegido, las bases de la mecánica de la fractura biparamétrica son las mismas: la tenacidad a fractura del

material para la iniciación, la resistencia del material a la propagación de la fisura y el modo de fractura a una temperatura determinada están gobernadas por únicamente dos parámetros [13].

Las aproximaciones locales son otra filosofía de análisis de los efectos del confinamiento. En estos métodos los modelos de los mecanismos reales de fallo están basados en un conocimiento preciso de los campos de tensiones y deformaciones, de tal manera que los efectos del confinamiento son considerados de forma implícita. Las aproximaciones locales más utilizadas son el modelo de Beremin para clivaje [14], el modelo dúctil de Beremin [15] y los modelos dúctiles de Gurson-Tvergaard [16,17,18] y Rousselier [19].

El último enfoque aquí considerado lo constituyen los métodos energéticos. Estas metodologías comenzaron con los trabajos de Griffith [20], que asumen que la fractura ocurre cuando la energía disponible para la propagación de la fisura es suficiente para superar la resistencia del material a tal fenómeno. Este proceder no puede utilizarse generalmente cuando hay plasticidad pero para cargas proporcionales es posible la aplicación de métodos basados en la integral J. Se han realizado muchos estudios con el objetivo de extender la aplicación de las teorías basadas en la integral J. La idea fundamental es usar dicho parámetro energético y extender su uso desde la teoría de deformaciones plásticas hasta la teoría de plasticidad incremental [13]. Como consecuencia, se han propuesto diferentes parámetros independientes del camino de integración, tales como la T^* de Altura, la J_{ch} de Kishimoto-Aoki y la J_m de McClintock. Sin embargo, tanto el significado físico como el cálculo de estos parámetros no son ni sencillos ni claros y el interés por estas metodologías ha decrecido en los últimos años.

2.2. Entallas

Los componentes entallados desarrollan una tenacidad aparente mayor que la obtenida a partir de probetas fisuradas. Este fenómeno se analizará en este trabajo para una entalla de longitud a y radio ρ situada en un cuerpo infinito sometido a una tensión uniforme σ .

En un fallo frágil provocado por una fisura, la mecánica de la fractura establece que la situación crítica se alcanza cuando la tensión aplicada multiplicada por la raíz cuadrada de la longitud de fisura es igual a una constante [20]:

$$\sigma^c \sqrt{a} = cte_1 \tag{6}$$

Sin embargo las entallas someten a los componentes estructurales a situaciones menos críticas, de tal manera que la expresión (6) pasa a ser:

$$\sigma^c a^\alpha = cte_2 \tag{7}$$

en donde α es una constante.

Si se representa la distribución de tensiones en el frente de entalla en escala bilogarítmica, tal y como muestra la figura 1, se pueden distinguir tres regiones claramente diferenciadas: la región I corresponde a una zona de tensiones aproximadamente constantes, la región II es una zona de transición y la región III es una zona en la que las tensiones siguen la siguiente expresión:

$$\sigma_{yy} = \frac{K_p}{(2\pi r)^\alpha} \tag{8}$$

en donde K_p es el factor de intensidad de tensiones de entalla.

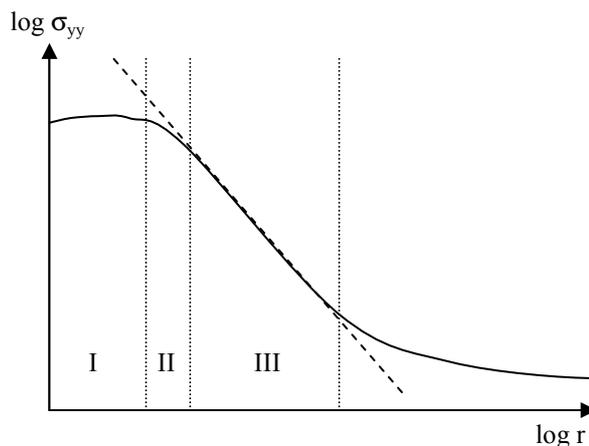


Figura 1. Representación en escala bilogarítmica del perfil de tensiones en el fondo de entalla.

Hay dos criterios de fallo fundamentales en la teoría de entallas: el criterio de fractura global y el criterio de fractura local [21]. El criterio global establece que el fallo se produce cuando el factor de intensidad de tensiones de entalla alcanza un valor crítico:

$$K_p = K_p^c \tag{9}$$

Por otra parte, uno de los criterios locales más aceptados viene dado por el modelo de la tensión media crítica [22,23], que establece que la fractura se produce cuando la tensión media dentro de una determinada distancia (distancia efectiva, X_{ef}) es mayor que la resistencia del material σ_f :

$$\frac{1}{X_{ef}} \int_0^{X_{ef}} \sigma(r) dr = \sigma_f \tag{10}$$

La distancia efectiva corresponde al punto con menor gradiente de tensiones y su obtención requiere el uso de análisis por elementos finitos.

El modelo de la tensión media crítica ha sido utilizado por Kim et al. [24] para obtener la relación existente entre la tenacidad a fractura aparente, K_{IN} , desarrollada en componentes entallados y la tenacidad a fractura, K_{IC} ,

obtenida a partir de probetas fuertemente fisuradas. Estos autores asumen la distribución de tensiones en el fondo de entalla propuesta por Craeger y Paris [25], que es igual a la existente en el fondo de una fisura pero con un desplazamiento a lo largo del eje x igual a $\rho/2$. La expresión a lo largo de la dirección $\theta=0$ resulta:

$$\sigma_{yy} = \frac{K_I}{\sqrt{\pi(2r'+\rho)}} \left(1 + \frac{\rho}{2r'+\rho}\right) \quad (11)$$

en donde r' es la distancia desde el origen (situado en el frente de entalla) al punto de evaluación.

Esta expresión es similar a la correspondiente a una fisura:

$$\sigma_{yy} = \frac{K_I}{\sqrt{2\pi r}} \quad (12)$$

Las expresiones (11) y (12) pueden ser introducidas por separado en la expresión (10), dando lugar a la relación entre K_{IN} y K_{IC} :

$$\frac{K_{IN}}{K_{IC}} = \sqrt{1 + \frac{\rho}{2X_{ef}}} \quad (13)$$

La expresión (13) proporciona buenos resultados y ha sido ampliamente validada. Sin embargo, desde el punto de vista práctico tiene un problema: la necesidad de un análisis por elementos finitos para la obtención de X_{ef} .

Otra relación entre K_{IN} y K_{IC} se obtiene a partir de la denominada Mecánica de la Fractura Finita (MFF), desarrollada por Taylor et al. [26]. La MFF se basa en la teoría de Griffith [20] pero considera que las propagaciones de fisura son finitas, Δa , en lugar de diferenciales, da . Además, considera que Δa es una constante del material para un modo de fractura dado. Resumiendo, esta teoría conduce a las siguientes expresiones:

$$K_{IN} = K_{IC} \sqrt{\frac{1}{1 - \frac{\rho}{20.08L}}} \quad (\text{solución afilada}) \quad (14)$$

$$K_{IN} = K_{IC} \frac{1}{2.24} \sqrt{\frac{\rho}{L}} \quad (\text{solución roma}) \quad (15)$$

El método proporciona un criterio para determinar cuál de las expresiones (14) y (15) debe ser utilizada para el caso objeto de estudio. L es igual a $\Delta a/2$ y responde a la expresión (16):

$$L = \frac{K_{IC}^2}{\pi \cdot \sigma_{fl}^2} \quad (16)$$

Cuando la plasticidad está limitada a una región muy pequeña alrededor del frente de entalla (materiales cerámicos, fatiga en metales,...) σ_{fl} es igual a la tensión de rotura, σ_u . En situaciones de mayor plasticidad σ_{fl} ha de ser calibrada (en fractura frágil de metales se ha propuesto un valor de $4 \cdot \sigma_u$).

Finalmente, Spink et al. han propuesto la expresión (17) para entallas semielípticas:

$$K_{IN} = \frac{K_{IC} + \sigma_u (\pi \rho)^{1/2}}{\left[1 + \sqrt{\left(\frac{\rho}{c}\right)}\right]} \quad (17)$$

en donde c es el semieje mayor.

2.3. Fisuras en entallas

Puede darse el caso de que sea necesario evaluar una fisura que nace de una entalla. Este tipo de defectos son a menudo evaluados de forma conservadora considerando una longitud de fisura igual a la suma de las longitudes de la entalla y de la fisura. Un análisis de este tipo da resultados aceptables en fisuras que nacen de entallas afiladas pero puede ser excesivamente conservador cuando la entalla es roma. Fett [27] ha proporcionado guías para determinar los casos en los que este proceder da resultados aceptables.

La NASA ha desarrollado recientemente un procedimiento [9] para la evaluación de este fenómeno a partir del análisis de probetas con doble entalla sometidas a tracción. La geometría de la probeta y la notación correspondiente quedan recogidas en la figura 2.

El modelo combina los métodos EPRI y RSM (Reference Stress Method) y proporciona la expresión (18) para la integral J, la cual puede ser aplicada para cualquier nivel de plasticidad (desde la elasticidad lineal hasta la plasticidad total) y para cualquier longitud de fisura:

$$J = J_e(d + \Phi^* r_y) + J_e(d) \cdot (E \epsilon_{ref}^p / \sigma_{ref}) \quad (18)$$

σ_{ref} se define como:

$$\sigma_{ref} = \frac{P}{P_L^*} \quad (19)$$

d es la longitud de fisura, ϵ_{ref}^p es la deformación plástica a la tensión de referencia definida en la expresión (19), P_L^* es una estimación de la carga de plastificación para la estructura fisurada y Φ^* y r_y son evaluadas de acuerdo a las siguientes expresiones:

$$\Phi^* = [1 + (P/P_L^*)^2]^{-1} \tag{20}$$

$$r_y = (1/\lambda\pi)[(n-1)/(n+1)](K/\sigma_0)^2 \tag{21}$$

λ es igual a 2 en tensión plana y a 6 en deformación plana. n es el exponente de una ley potencial plástica pero el resultado es muy poco dependiente de su valor.

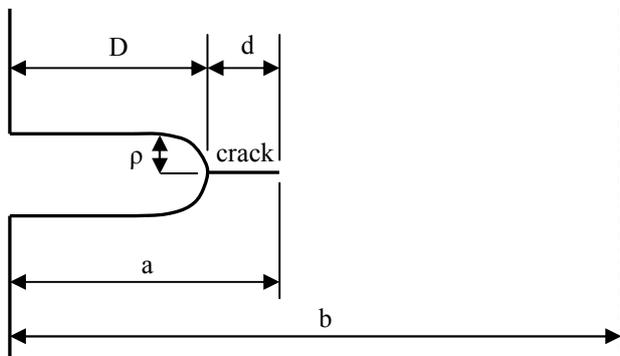


Figura 2. Relaciones geométricas entre la longitud de entalla (D), el radio de entalla (ρ), la longitud de fisura (d), longitud de entalla más fisura (a) y semianchura de la probeta (b).

3. PROCEDIMIENTOS DE CONFINAMIENTO EN EL FITNET

3.1. Fisuras

La metodología utilizada por el FITNET para la evaluación de problemas de confinamiento está basada en la sección de confinamiento del procedimiento R6 [11] pero incluye nuevos aspectos que tratan de hacer el cálculo más sencillo. Concretamente, proporciona una mayor guía en la definición de los parámetros de cálculo necesarios y aconseja sobre cuándo es o no necesario incluir en el cálculo los efectos del confinamiento.

El procedimiento propone el enfoque biparamétrico para las evaluaciones de confinamiento en forma de dos alternativas diferenciadas: el Procedimiento I, mostrado en la figura 3, consiste en modificar el Diagrama de Fallo (FAD) manteniendo invariable la tenacidad a fractura utilizada para definir K_r ; el Procedimiento II modifica la tenacidad y mantiene invariable el FAD utilizado en cálculos ordinarios.

En el Procedimiento I el FAD modificado resulta:

$$K_r = f(L_r)(1 + \alpha(-\beta L_r)^m) \quad L_r \leq L_{rmax} \tag{22}$$

en donde α y m son constantes del material que definen la influencia del confinamiento en la tenacidad a fractura y β es una medida normalizada del confinamiento estructural.

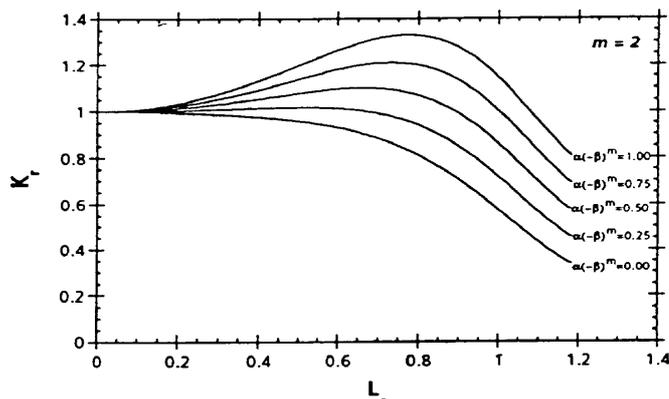


Figura 3. Modificaciones del FAD para distintos valores de los parámetros del material α y m y niveles de confinamiento $\beta (< 0)$.

β puede definirse en función de la tensión T (expresión (23)) o en función del parámetro Q (expresión (24)):

$$\beta = \frac{T^p}{L_r \sigma_y} + \frac{T^s}{L_r \sigma_y} \tag{23}$$

$$\beta = \frac{Q}{L_r} \tag{24}$$

en donde T^p y T^s son los valores de la tensión T correspondientes a las tensiones primarias y secundarias. El FITNET proporciona referencias y guías para obtener T y Q , así como valores para casos específicos.

El método también incluye valores de α y m para algunos materiales de uso común e incorpora una metodología desarrollada en el proyecto VOCALIST [28] que permite obtener dichos parámetros a partir de los datos de tracción del material y de su parámetro de clivaje de Beremin [30], que aquí denominamos m' .

En el Procedimiento II se modifica el valor de la tenacidad a fractura y se mantiene constante el FAD utilizado en evaluaciones ordinarias. El valor modificado de tenacidad obedece a las siguientes expresiones:

$$K_{mat}^c = K_{mat} \quad ; \beta L_r > 0 \tag{25}$$

$$K_{mat}^c = K_{mat} (1 + \alpha(-\beta L_r)^m) ; \beta L_r < 0$$

Es importante destacar el hecho de que en el Procedimiento I se modifica la corrección por los efectos de la interacción plástica ocasionada por las cargas primarias y secundarias, generalmente denominada ρ . La corrección resulta:

$$\rho_I = \rho (1 + \alpha(-\beta L_r)^m) \tag{26}$$

El Procedimiento II mantiene la definición de ρ utilizada en evaluaciones ordinarias.

En los últimos años se han producido grandes avances en la predicción de la tenacidad a fractura de aceros ferríticos en la zona de transición [29]. Una metodología muy utilizada y de gran trascendencia es la de la Curva Maestra. El procedimiento FITNET incluye la formulación propuesta por Wallin [30] y VOCALIST para la evaluación del desplazamiento ocasionado por la pérdida de confinamiento en la Curva Maestra. Haciendo uso de la formulación de Wallin, la expresión de la Curva Maestra para situaciones de bajo confinamiento resulta ($T < 0$):

$$K_{mat}^c = 20 \text{ MPa} \sqrt{m} + (K_{mat} - 20) \exp(0.019[-T_{stress}/10 \text{ MPa}]) \quad (27)$$

Finalmente, el FITNET proporciona comentarios relativos a situaciones de carga biaxial. Ante estas situaciones los posibles beneficios obtenidos de situaciones de bajo confinamiento pueden ser mucho menores que en el caso de carga uniaxial.

3.2. Entallas

La pérdida de confinamiento ocasionada por las entallas no ha sido incluida previamente en ningún procedimiento de fractura. El FITNET propone la utilización de los modelos de la tensión media crítica y de la MFF para la evaluación del incremento de tenacidad ocasionado por este tipo de defectos.

Este fenómeno se trata de forma separada a la pérdida de confinamiento recogida en los apartados 2.1 y 3.1. Una vez obtenido el valor de la tenacidad aparente los cálculos continúan de igual forma que en evaluaciones ordinarias.

3.3. Fisuras en entallas

El procedimiento FITNET incorpora la metodología de la NASA para la evaluación de componentes con fisuras que nacen del fondo de una entalla, de la forma explicada en el apartado 2.3. Este método es uniparamétrico y no permite la consideración del grado de confinamiento en el fondo de fisura. Sin embargo, las modificaciones por confinamiento descritas en el apartado 3.1 pueden ser aplicadas también al FAD obtenido mediante la expresión (18). A pesar de que no es fácil obtener soluciones de T y Q para fisuras en entallas es importante advertir que pueden obtenerse grandes beneficios de la aplicación de esta metodología a este tipo de defectos debido a la significativa pérdida de confinamiento generada en la proximidad de una entalla.

4. PROCEDIMIENTO GLOBAL PARA EL ANÁLISIS DEL CONFINAMIENTO

En las notas finales del procedimiento de confinamiento del FITNET se comenta la gran utilidad que tendría disponer de una metodología sencilla [31] que permitiera evaluar la pérdida de confinamiento

ocasionada no solo por defectos superficiales o cargas de tracción si no también por defectos tipo entalla, es decir, un procedimiento que proporcione un tratamiento global para la pérdida de confinamiento en el plano de aplicación de la carga.

Una posibilidad es asumir que la pérdida de confinamiento ocasionada por las entallas es independiente de la producida por las tensiones T o Q. En ese caso, usando el Procedimiento I descrito en el apartado 3.1 y el modelo de la tensión media crítica, la evaluación de un componente con una entalla superficial sometido a cargas de tracción se realizaría haciendo uso de la siguiente expresión para el FAD modificado:

$$K_r = f(L_r) \cdot (1 + \alpha(-\beta L_r)^m) \sqrt{1 + \frac{\rho}{2X_{ef}}} \quad L_r \leq L_{rmax} \quad (30)$$

La independencia entre los dos fenómenos puede justificarse [31] aplicando el modelo de la tensión media crítica y la distribución tensional propuesta por Craeger, tal y como hicieron Kim et al. [24], pero considerando no sólo el primer término de la serie de Williams, si no también el segundo (la tensión T). Puede comprobarse fácilmente que la expresión obtenida por estos autores no se ve modificada, por lo que cualquiera que sea la tensión T (que incluye el efecto de la superficialidad del defecto y del tipo de carga), la expresión para calcular el valor de la tenacidad aparente es la misma. En otras palabras, dado que la tensión T es una constante y no depende de la posición con respecto al fondo de entalla, si la distribución de tensiones en una fisura se desplaza un valor igual a $\rho/2$ (tal y como propone Craeger) para obtener la distribución de tensiones en el fondo de entalla, el valor de T no cambia (independientemente del valor de ρ).

Esta metodología está siendo objeto de validación [31]

5. CONCLUSIONES

Los procedimientos de evaluación de la integridad estructural que incluyen el efecto del confinamiento permiten la realización de cálculos más ajustados a la realidad estructural en componentes con defectos. Esto puede dar lugar a beneficios significativos cuando, por ejemplo, se demuestra la seguridad de un componente que por los métodos ordinarios de evaluación es considerado inseguro.

Uno de los mayores problemas en las evaluaciones de confinamiento es el de su difícil aplicación, ocasionada por su aparente dificultad y por la falta de datos. El procedimiento FITNET hace los cálculos por confinamiento más directos, proporcionando guías, consejos y datos. El procedimiento también aborda el problema de las entallas y el de las fisuras que nacen de entallas.

Finalmente se ha introducido una metodología que permite un tratamiento global del confinamiento, incluyendo el efecto de la profundidad del defecto, el tipo de carga y el radio en el fondo del defecto.

AGRADECIMIENTOS

Los autores desean agradecer las aportaciones realizadas por los colegas del proyecto FITNET y el apoyo financiero recibido desde la Comisión Europea para la realización de las actividades de dicho proyecto.

REFERENCIAS

- [1] Landes, J.D., McCabe, D.E., y Ernst, H.A., 1989, "Geometry effects on the R-curve, in non linear fracture mechanics: Volume 2 - Elastic Plastic Fracture" (eds J D Landes, A Saxena y J G Merkle) ASTM STP 905, pp. 123-143.
- [2] Hancock, J.W., Reuter W.G., y Parks, D.M., 1993 "Constraint and toughness parameterized by T, in Constraint Effects in Fracture" (eds E M Hackett, K-H Schwalbe y R H Dodds), ASTM STP 1171, pp. 21-40.
- [3] Burstow, M.C., y Howard, I.C., 1996, "Predicting the effects of crack tip constraint on material resistance curves using ductile damage theory", *Fatigue Fract Engng Mater Struct*, 19, pp. 461-474.
- [4] O'Dowd, N.P., y Shih, C.F., 1992, "Family of crack tip fields characterised by a triaxiality parameter: part II - fracture applications", *J Mech Phys Solids*, 40, pp. 939-963.
- [5] Ainsworth, R.A., y O'Dowd, N.P., 1995, "Constraint in the failure assessment diagram approach for fracture assessment", *ASME J Pres Ves Technol*, 117, 260-267.
- [6] MacLennan, I., y Hancock, J.W., 1995, "Constraint based failure assessment diagrams", in *Proc Roy Soc Lond A451*, pp. 757-777.
- [7] Smith, E., 2004, "A comparison of Mode I and Mode III results for the elastic stress distribution in the immediate vicinity of a blunt notch", *International Journal of Engineering Science*, 42, pp. 473-481.
- [8] Spink, G.M., Worthington, P.J., y Heald, P.T., 1973, "The effect of notch acuity on fracture toughness testing", *Materials Science and Engineering*, 11, pp. 113-117.
- [9] McClung, R.C., Chell, G.G., Lee, Y-D., Russell, D.A., y Orient, G.E., 1999, "Development of a practical methodology for elastic-plastic and fully-plastic fatigue crack growth", Report NASA/CR-1999-209428.
- [10] FITNET, European Fitness-for-Service Network, EU's Framework 5, Proposal No. GTC1-2001-43049, Contract No. G1RT-CT-2001-05071
- [11] R6: Assessment of the integrity of structures containing defects, British Energy Generation Limited, Revision 4, 2001.
- [12] VOCALIST, Validation of Constraint Based Assessment Methodology in Structural Integrity, FIKS CT-2000-00090, Fifth Framework of the European Atomic Energy Community (EURATOM).
- [13] Nilsson K.F., 2001, "Current Issues for the Application of Constraint-Based Procedures in Fracture Mechanics Assessments of Ageing NPP Components", Project VOCALIST, D1.
- [14] Beremin, F., 1983, "A local criterion for cleavage fracture of a nuclear pressure vessel", *Metall. Trans.*, 14a, pp. 2277-2287.
- [15] Beremin, F.M., 1981, "Experimental and numerical study of the different stages", *Ductile rupture in Application to crack initiation and stable crack growth, three dimensional constitutive relations and ductile fracture*, Ed. Nemat-Nasser, S., North Holland Publishing Company, pp. 185-205.
- [16] Gurson, A.L., 1997, "Continuum Theory of ductile rupture by void nucleation and growth. Part I: Yield criteria and flow rules for porous ductile materials", *J. Eng. Mat. Tech.*, 99, pp. 2-15.
- [17] Tvergaard, V., 1981, "Influence of voids on shear band instabilities under plane strain conditions", *Int. J. Fracture*, 17, pp. 389-407 (1981).
- [18] Tvergaard, V., 1982, "On localization in ductile materials containing spherical voids", *Int. J. Fracture*, 18, pp. 237-252.
- [19] Rousselier, G., 1987, "Ductile fracture models and their potential in local approach of fracture", *Nuclear Engineering and Design*, 105, pp. 97-111.
- [20] Griffith, A.A., 1920, "The phenomena of rupture and flow in solids", *Phil. Trans. R. Soc. London. A* 221, pp. 163-198.
- [21] Pluvinage, G., 1998, "Fatigue and fracture emanating from notch; the use of the notch stress intensity factor", *Nuclear Engineering and Design*, 185, pp. 173-184.
- [22] Bao, Y., y Jin, Z., 1993, *Fatigue Fract. Eng. Mater. Struct.*, 16, 829.

- [23] Fenghui, W., 2000, Journal of Material Science, 35, 2543.
- [24] Kim, J.H., Kim, D.H., y Moon, S.I., 2004, "Evaluation of static and dynamic fracture toughness using apparent fracture toughness of notched specimens", Materials Science and Engineering, Article in press.
- [25] Creager, M., y Paris, C., 1967, "Elastic field equations for blunt cracks with reference to stress corrosion cracking", International Journal of Fracture, 3, pp. 247-252.
- [26] Taylor, D., Cornetti, P. y Pugno, N., 2005, "The fracture mechanics of finite crack extension", Engineering Fracture Mechanics, 72, 1021-1038.
- [27] Fett, T., 2005, "Influence of a finite notch root radius on fracture toughness", Journal of European Ceramic Society, 25, 29-36.
- [28] Sherry, A.H., Wilkes, M.A., Beardsmore, D.W. y Lidbury, D., 2004, "Material Constraint Parameters for the Assessment of Shallow Defects in Structural Components- Part I: Parameter Solutions", Engineering Fracture Mechanics, Article in press.
- [29] Wallin, K., 1984, "The scatter in KIC results", Engineering Fracture Mechanics, 19, pp. 1085-1093.
- [30] Wallin, K., 2001, "Quantifying Tstress controlled constraint by the master curve transition temperature T_0 ", Engineering Fracture Mechanics, 68, pp. 303-328.
- [31] Cicero, S., 2005, "Evaluación de la integridad estructural de componentes sometidos a condiciones de bajo confinamiento", Tesis Doctoral, Universidad de Cantabria, Santander, *por publicar*.

EVALUACIÓN DE LA INTEGRIDAD ESTRUCTURAL DE COMPONENTES FRENTE A PROCESOS DE FISURACIÓN INDUCIDA POR EL AMBIENTE

J.A. Álvarez, F. Gutiérrez-Solana y S. Cicero

División de Ciencia e Ingeniería de los Materiales. E.T.S.I. de Ingenieros de Caminos, Canales y Puertos. Universidad de Cantabria. Avda. de los Castros, s/n. 39005 Santander, España.

E-mail: alvareja@unican.es

Tfno: 942 20 18 19 Fax: 942 20 18 18

RESUMEN

El presente artículo expone las etapas a seguir para la evaluación de la integridad estructural de componentes cuando los mecanismos de deterioro dominantes son corrosión bajo tensión ó corrosión fatiga, globalmente incluidas dentro de la fisuración inducida por ambiente (FIA).

ABSTRACT

A summary is given of the key steps in undertaking an assessment of structural integrity where stress corrosion cracking or corrosion fatigue (collectively environment induced cracking) is the dominant failure mode.

ÁREAS TEMÁTICAS PROPUESTAS: Fractura de materiales metálicos, diseño frente a fractura.

PALABRAS CLAVE: FAD, Fisuración inducida por ambiente.

1. INTRODUCCIÓN

El diseño de componentes y estructuras en ingeniería debe prevenir la aparición de procesos de Corrosión Bajo Tensión (CBT) ó Corrosión Fatiga (CF), ó bien, asegurar un comportamiento en servicio bajo condiciones de seguridad idóneas. Este objetivo puede alcanzarse mediante una adecuada selección de materiales, a través del control del medio agresivo ó minimizando el estado tensional. El diseño basado en el estado tensional consiste en mantener la tensión aplicada por debajo de un umbral de iniciación (σ_{SCC}) o de propagación sostenida (K_{ISCC}) como muestra la Figura 1[1]. Este tipo de diagrama de aplicación al diseño puede obtenerse de un modo similar para condiciones de CF mediante una adecuada selección de rango de tensiones o de factor de intensidad de tensiones.

A pesar del diseño óptimo las fisuras pueden propagar ó hacerlo a velocidad superior a la esperada por varias razones: alteración de las condiciones de servicio para mejorar el proceso, presencia de áreas con soldadura inapropiada, variaciones transitorias de la temperatura ó las condiciones ambientales, cambios superficiales del material (ej: depósito de capa oxidante) ó envejecimiento; otras veces la utilización del material idóneo para la aplicación no es económicamente viable ó las predicciones realizadas en función los ensayos de verificación de propiedades no son realistas, etc. Por todo ello es necesario un procedimiento de actuación, para evaluar el riesgo de fisuración en servicio ó analizar las condiciones de fallo, cuando las fisuras son

detectadas. Este marco en el que se incluye la propuesta de European Fitness for Service Network (FITNET) que trata de proporcionar una guía de actuación sencilla frente a este tipo de procesos. Uno de sus capítulos se ocupa de los fenómenos de Fisuración Inducida por el ambiente (FIA). A continuación se presentan las características principales de dicho procedimiento.

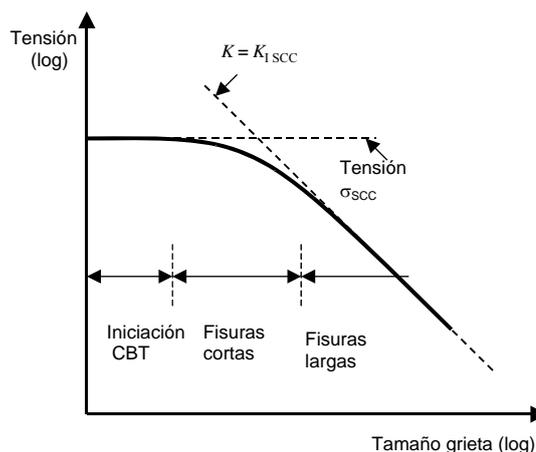


Figura 1. Esquema de la curva de Kitigawa-Takahashi, modificada para CBT, mostrando la región límite (línea gruesa) por debajo de la que las fisuras no propagan.

2. DESCRIPCIÓN DE LA METODOLOGÍA DE EVALUACIÓN

2.1 Definición de la naturaleza de las fisuras

La primera etapa consiste en la caracterización completa de la fisura en términos de tamaño, forma y localización en relación con concentradores de tensión, áreas de soldadura y otro tipo de singularidades. En caso de presencia de varias fisuras debe evaluarse su densidad y el espacio entre las mismas con vistas a posibles interacciones presentes o inducidas durante la etapa de propagación.

2.2 Identificación de causas de la fisuración

La presencia de grietas debe asociarse a algún proceso mecánico concreto p.e.: corrosión-fatiga, corrosión bajo tensión, etc. Esta tarea no siempre resulta sencilla, a menos que las condiciones de servicio permitan discriminar alguna de las variables, como puede ser la ausencia de tensiones cíclicas con el tiempo. La identificación de mecanismos de CBT como causantes de un proceso de fisuración puede, en algunos casos, como ocurre la presencia de fisuras con ramificación, realizarse mediante inspección visual, pero en la mayor parte de los casos la experiencia previa y un examen exhaustivo son insustituibles. La presencia de tensiones cíclicas potencia la posibilidad de que el mecanismo de propagación sea corrosión fatiga. En este caso, la forma de la onda de tensión juega un papel dominante en ambientes agresivos, disminuyendo su efecto a medida que aumenta la frecuencia.

2.3 Determinación de las condiciones de servicio

Las condiciones de servicio que deben ser definidas incluyen estado tensional y ambiental. En el primer caso es necesario asumir o hacer hipótesis razonables sobre las tensiones de trabajo en la estructura, incluyendo las que aparecen durante las operaciones normales de funcionamiento (principalmente estáticas o cíclicas e carácter aleatorio), tensiones transitorias asociadas a de arranque/parada en componentes, las de tipo residual asociadas a la presencia de soldaduras ó las inducidas por el proceso de laminación y la presencia de tensiones multiaxiales. Entre todas, las tensiones de tipo transitorio resultan ser las más críticas en el proceso de iniciación y propagación de fisuras, siendo, por otro lado, las que presentan una caracterización más problemática en ensayos de laboratorio.

La definición de las condiciones ambientales puede ser un objetivo aún más desafiante. Si bien las condiciones ambientales de servicio resultan normalmente bien conocidas y caracterizadas, estas pueden variar localmente debido a cambios en la naturaleza, concentración o temperatura del medio, provocando una fuerza inductora del proceso de fisuración diferente a la calculada. Factores como el cambio en la concentración de iones, procedentes de procesos de corrosión locales, que son especialmente activos en procesos de

intercambio de calor a altas temperaturas, representan un elemento crítico en la iniciación de procesos de CBT. Otros factores a considerar son la variación de temperaturas, la presencia de oxígeno, etc. La correcta evaluación del medio requiere un análisis histórico de la evolución del mismo.

2.4 Definición de las propiedades los materiales

La primera etapa consiste en asegurar si el material actualmente existente coincide con el definido en la etapa de diseño. De igual modo debe comprobarse la orientación microestructural del material en relación con las tensiones principales aplicadas. Una característica singular de los materiales procedentes de laminación y con estructura de grano alargada es la asimetría de comportamiento frente a procesos de CBT en direcciones longitudinal y transversal.

2.4.1 Acabado superficial y trabajo en frío

En los ensayos en laboratorio las piezas presentan, normalmente, un buen acabado superficial. En servicio, los materiales no presentan la misma calidad superficial al ser suministrados tal como finalizan el proceso de laminación en frío. Debido a este factor aparecen tensiones superficiales, capas deformadas, zonas endurecidas locales, e incluso áreas con cambios de fase (P.E: austenita retenida a martensita). Por estas razones, la fisuración por procesos de CBT en servicio no siempre puede reproducirse correctamente por medio de ensayos en laboratorio, a menos que seamos especialmente cuidadosos con los detalles.

2.4.2 Soldaduras

El aspecto más importante a tener en cuenta en relación con la presencia de soldaduras es la aparición de zonas con tensiones residuales junto con cambios en la microestructura y en las propiedades mecánicas, especialmente la dureza, que conllevan comportamientos singulares a escala local frente a CBT. La problemática de las soldaduras en relación con cambios microestructurales y de comportamiento mecánico puede tener su origen en la propia cualificación de los procesos de soldadura, un aporte térmico demasiado elevado, una selección de materiales de aportación que produzca efectos de fragilización en borde de grano ó precipitación de fases pueden ser aspectos críticos en el comportamiento posterior en servicio. Todos estos factores no son siempre posibles de evaluar in-situ pero deben tenerse en cuenta a la hora de realizar ensayos de caracterización y aplicar las técnicas de integridad estructural.

2.4.3 Daño térmico y por radiación

Los materiales sometidos a efectos de altas temperaturas durante periodos de tiempo largos pueden presentar fenómenos de envejecimiento; los cambios microestructurales y micromecánicos asociados pueden, a menudo, modificar el comportamiento frente a procesos de CBT.

El daño por radiación asociado a aplicaciones de la industria nuclear conlleva un endurecimiento de los aceros y en algunos casos, en aceros austeníticos, una forma de fragilización asociada a la pérdida de cromo en borde de grano, que no implica la formación de carburos.

Además del efecto fragilizador descrito, la radiación y el envejecimiento térmico provocan la reducción de la tenacidad y, por tanto, del tamaño de fisura crítica que ocasiona la rotura inestable.

2.5 Recopilación de datos para evaluación de integridad frente a CBT

Una vez identificada la Corrosión Bajo tensión como mecanismo causante de la presencia de fisuras, es necesario obtener toda la información disponible sobre el comportamiento en CBT del material estudiado, especialmente el factor de intensidad de tensiones umbral y la velocidad de propagación.

2.5.1 Determinación de K_{ISCC}

Cuando la longitud de fisura es compatible con la aplicación de mecánica de la fractura, el factor de intensidad de tensiones umbral en CBT, K_{ISCC} , puede definirse. La Figura 2 presenta el comportamiento típico con fisuras largas.

Dicho factor no debe considerarse como una propiedad mecánica intrínseca del material debido a que presenta una fuerte dependencia de las condiciones mecánicas así como del ambiente. Los ensayos de determinación de K_{ISCC} se encuentran bien definidos pero su utilidad esta limitada a estructuras sujetas a cargas puramente estáticas y es sobradamente conocido el mismo disminuye en presencia de estados tensionales dinámicos. La norma ISO 7539 Part 6 [3] presenta la metodología de obtención de los valores de K_{ISCC} en condiciones estáticas y en la ISO 7539 Part 9 [4] los mismos pueden ser determinados en ensayos bajo condiciones de carga o desplazamiento crecientes.

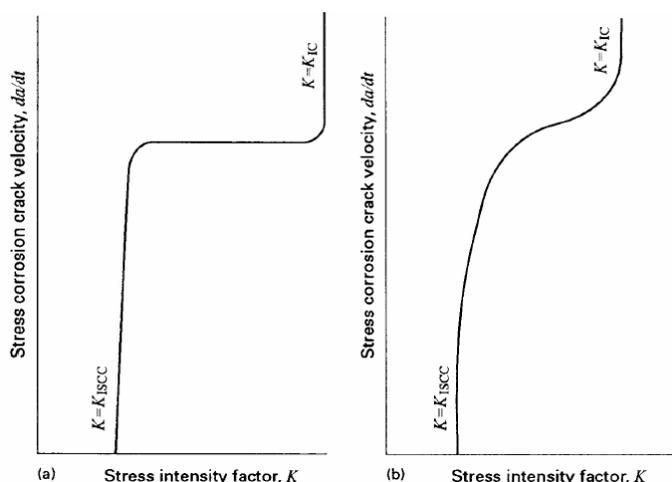


Figura 2. Comportamiento típico de materiales metálicos frente a procesos de CBT [2]

2.5.2 Determinación de la velocidad de crecimiento de fisuras

La velocidad de crecimiento de fisuras en CBT sobre probetas prefisuradas está establecida en la norma ISO 7539 Part 6. En la misma se describe el método empleado para determinar el parámetro da/dt, en función del factor de intensidad de tensiones K tal como representa la Figura 2. Debe considerarse más eficiente obtener el valor de velocidad de propagación en condiciones relevantes desde un punto de vista práctico y a partir del mismo definir una ley de propagación adecuada. Por ejemplo:

$$da/dt = C(K_I)^n \quad K_{ISCC} \leq K \leq K_c$$

es adecuada siendo C y n los parámetros de ajuste y K_c la tenacidad a fractura en condiciones dinámicas. A veces, n se considera que toma el valor cero en materiales que presentan una curva tipo “plateau”.

2.6 Recopilación de datos para evaluación de integridad frente a Corrosión-Fatiga

2.6.1 Determinación de ΔK_{th}

La obtención del factor de intensidad de tensiones umbral en corrosión fatiga (ΔK_{th}) debe tener en cuenta la influencia de la relación de tensiones y el tamaño de fisura. Es bien conocido que en presencia de fisuras cortas puede producirse propagación con valores de ΔK significativamente inferiores a ΔK_{th} debido a que este ha sido determinado a partir de fisuras largas aplicando la MFEL, que en estas condiciones no resulta adecuada (Figura 1). El valor ΔK_{th} tiende a aumentar con la relación de tensiones ($R = \sigma_{min}/\sigma_{max}$) debido a la pérdida de efectividad del cierre de grieta. Por ello, la consideración de valor umbral obtenido con valores de R elevados resulta ser una hipótesis sensiblemente conservadora.

La obtención de unas previsiones fiables de comportamiento en servicio pasa por una simulación adecuada de las condiciones de trabajo en términos de tensiones, ambiente, frecuencias, forma de onda y tiempo de ensayo; esto último es particularmente importante en los casos de depósito de productos de corrosión en la fisura. Las normas ISO sobre corrosión fatiga ofrecen una guía de uso idónea para la obtención de ΔK_{th} [5].

2.6.2 Determinación de la velocidad de crecimiento de fisuras en procesos de corrosión fatiga

La obtención de la velocidad de crecimiento debe basarse en las normas ISO [5]. La forma de las curvas de crecimiento no puede establecerse de forma general. La Figura 3 presenta algunos ejemplos de comportamiento en condiciones de amplitud de onda de constante.

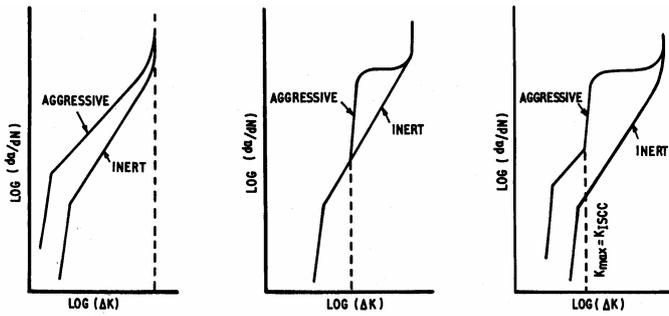


Figura 3. Tipos básicos de comportamiento en corrosión fatiga (I.M. Austen E.F. Walker [6])

La zona de comienzo de propagación acelerada queda condicionado por el factor $K_{max} = K_{ISCC}$, si bien este valor no es necesariamente el factor de intensidad de tensiones umbral en condiciones estáticas. La obtención de una ley de propagación en condiciones de corrosión fatiga debe basarse en ajustes a partir de datos empiricos, si bien, a menudo toma la siguiente forma:

$$da/dN = A(\Delta K)^m$$

Siendo da/dN la velocidad de crecimiento de fisura y A y m los parámetros de ajuste.

2.7 Determinación de la integridad estructural

El análisis de componentes y estructuras que contienen fisuras crecientes requiere cierto grado de especialización y experiencia a causa de la complejidad inherente del mecanismo de avance de fisura. El análisis incluye el uso de una caracterización de la fractura e integración numérica de una ley de crecimiento de fisura.

Paso 1 – Realización de una caracterización de fractura para el tamaño inicial de fisura, basado en el valor detectado medio o hasta un valor máximo para reflejar la incertidumbre de la medida. Si se demuestra que el componente es aceptable, es decir, se encuentra en la parte interna del límite en el diagrama de caracterización de fractura (FAD) de la Figura 4 y, donde sea factible, la profundidad de la fisura es pequeña comparada con el grosor de la pieza, entonces se debe considerar tomar medidas correctoras para evitar el posterior crecimiento de la fisura. Esas medidas correctoras deben tratar de conseguir la parada de fisura, de modo que $K < K_{ISCC}$, bien sea a través de la reducción de la tensión o modificando el ambiente o la temperatura.

Paso 2 – Si las medidas correctoras efectivas no se pueden aplicar y/o se puede tolerar un crecimiento de fisura subcrítica lento, entonces se debe seguir lo indicado en las Secciones 2.1-2.4 para caracterizar completamente la naturaleza de la fisura y las

condiciones de servicio en que se encuentra. Se establecerá si hay un crecimiento de fisura para el material y ambiente de servicio considerados, para en ese caso realizar un análisis de crecimiento hasta fractura. Si no puede determinarse, donde sea aplicable, se ha de realizar un análisis de debilitamiento antes de rotura (leak before break, LBB) para determinar si existe un tamaño máximo de fisura aceptable.

Paso 3 – Cálculo de la tensión en el defecto, incluyendo cualquier componente dinámico y basándose en las condiciones de servicio futuras. En estos cálculos se ha de considerar todas las condiciones de trabajo, incluyendo normales de servicio, de arranque, extremas o de parada.

Paso 4 – Determinar la evolución del tamaño de fisura basándose en el tamaño de defecto previo, el valor de K o ΔK y las leyes de crecimiento de fisura. Si un defecto superficial está siendo evaluado, la profundidad de la fisura se incrementa en función del factor de intensidad de tensiones en el fondo de la fisura y su longitud se incrementa en función del factor de intensidad de tensiones en la superficie. Para fisuras de corrosión-fatiga se requiere un cálculo numérico ciclo por ciclo de la extensión de la fisura, considerando la frecuencia de carga, el cociente de tensiones y los efectos de cierre.

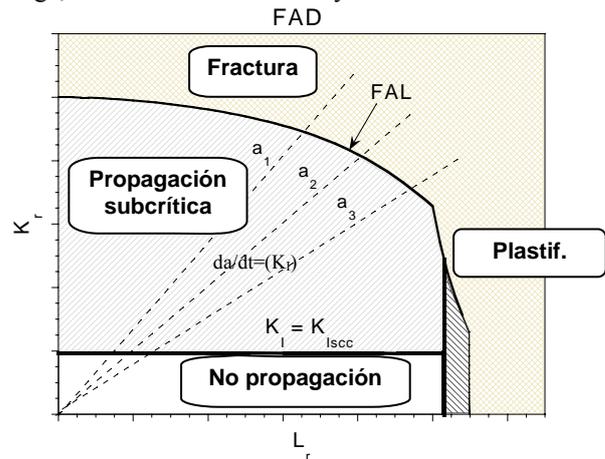


Figura 4. Diagrama de fallo FAD [7,8].

Paso 5 – Determinar el tiempo o número de ciclos de tensión para que el tamaño de fisura actual (a_0, c_0) alcance el límite de tamaño de defecto establecidos por los criterios FAD o LBB. El componente es aceptable para continuar operando si: el tiempo o número de ciclos necesarios para alcanzar el tamaño de defecto límite, incluyendo un margen de seguridad apropiado, es mayor que el tiempo de operación previsto; el crecimiento de fisura es monitorizado en línea o durante las paradas, cuando sea posible, por una técnica validada; la velocidad observada de crecimiento de fisura es menor que la usada en la predicción de vida remanente según los resultados de una inspección en línea o durante paradas; las condiciones extremas en cargas o severidad ambiental son evitables o están

consideradas en el análisis. Si la profundidad del tamaño de defecto límite es reclasificada como una fisura pasante, las condiciones aceptables para un criterio LBB deben ser satisfechas. En la próxima inspección, se establecerá la velocidad de crecimiento de fisura real y se reevaluarán las nuevas condiciones del defecto para los procedimientos de esta sección. De forma alternativa, se reparará o reemplazará el componente o se aplicarán medidas mitigadoras.

Un esquema del proceso se muestra en el cuadro de la Figura 5.

AGRADECIMIENTOS

Los autores reconocen agradecidamente las contribuciones de los miembros de FITNET TN y la financiación de la Comisión Europea al FITNET

REFERENCIAS

- [1] A. Turnbull, R. W. Koers, F. Gutiérrez-Solana and J. A. Alvarez; “Environmental induced cracking-a Fitness for Service perspective”, Proceedings of OMAE 2005.
- [2] BSI BS7910, 1999, “Guide on methods for assessing the acceptability of flaws in metallic structures”.
- [3] ISO 7539 Part 6, 1998, “Preparation and use of pre-cracked specimens for tests under constant load or constant displacement”, International Standards Organisation, Geneva.
- [4] ISO 7539 Part 9, 1998, “Preparation and use of pre-cracked specimens for tests under rising load or rising displacement”, International Standards Organisation, Geneva.
- [5] ISO 11782-2, 1998, “Corrosion of Metal and Alloys – Corrosion Fatigue Testing – Part 2: Crack Propagation Testing using Pre-cracked Specimens, International Standards Organisation”, Geneva.
- [6] I.M. Austen and E.F. Walker, in “Proceedings of The Influence of the Environment on Fatigue”, Institute of Mechanical Engineers, London, 1997, pp 1-10.
- [7] J.A. Alvarez and F. Gutiérrez-Solana, “A elastic-plastic fracture mechanics based methodology to characterize cracking behaviour and its application to environmental assisted processes”, Nuclear Engineering and Design, 1999, pp 185-202.
- [8] FITNET, Fitnet for Service Procedure, Draft Working Document, September 2005.

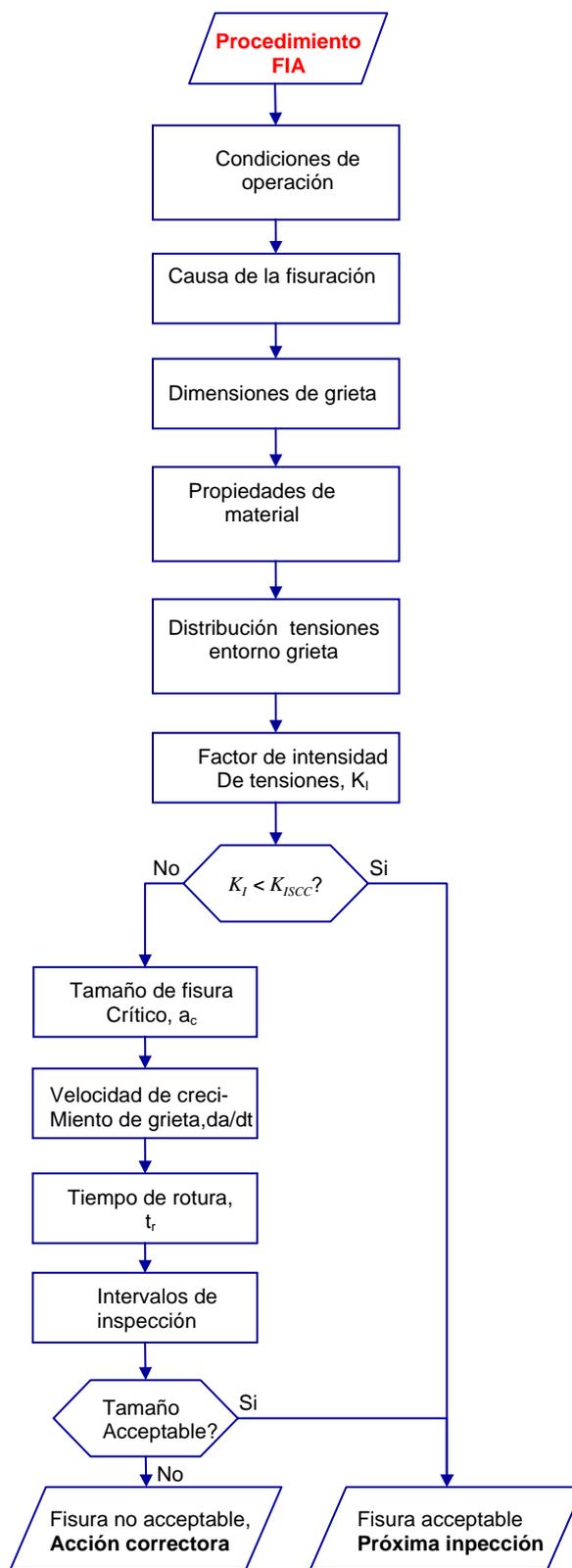


Figura 5. Diagrama de flujo de acciones en procesos de CBT

DEFLEXIÓN DEL CAMINO DE FRACTURA ANISÓTROPICA POR DELAMINACIÓN EN ACEROS DE PRETENSADO COMERCIALES

F.J. Ayaso, B. González y J. Toribio

Ingeniería de Materiales, Universidad de Salamanca
E.P.S., Campus Viriato, Avda Requejo 33, 49022-Zamora, España.
Correo-e: fja@usal.es
Tlfn.: 980 54 50 00, ext: 3673. Fax: 980 54 50 02

RESUMEN

El presente trabajo trata sobre el comportamiento en fractura que exhiben ciertos aceros perlíticos trefilados en función de su grado de deformación plástica adquirido en cada una de las hileras de trefilado así como del estado triaxial de tensiones provocado por entallas con distinta geometría. Dicho comportamiento en fractura se vuelve más anisótropo conforme aumenta el valor de las variables mencionadas, mostrándose macroscópicamente en forma de una clara deflexión del camino de fractura para los aceros fuertemente trefilados. En este artículo se establece una relación (propia de la Ciencia de Materiales) entre el comportamiento en fractura anisótropo y el daño microestructural del material en los instantes previos a la fractura final.

ABSTRACT

The present paper deals with the fracture behaviour of heavily cold drawn wires as a function of their accumulated plastic strain (during the cold work process) and the triaxial stress state created by notches with different geometries. The higher the accumulated plastic strain and triaxiality, the more the anisotropic fracture behaviour. This behaviour shows a clear deflection in fracture path for heavily drawn steels. In the present paper a Materials Science relationship is established between anisotropic fracture and microstructural damage, just in the previous instants before final fracture occurs.

ÁREAS TEMÁTICAS PROPUESTAS: Fractura de Materiales Metálicos y Hormigón.

PALABRAS CLAVE: Acero Perlítico, Trefilado, Anisotropía resistente, Delaminación microestructural.

1. INTRODUCCIÓN

El acero perlítico trefilado es un material estructural muy empleado en la ingeniería civil en forma de alambres para hormigón pretensado que por lo general soportan niveles tensionales elevados y en ambientes agresivos. El proceso de fabricación del acero perlítico trefilado se produce mediante deformación plástica progresiva de un alambroón inicial (libre de deformación plástica) en distintas etapas (hileras de trefilar) hasta alcanzar el producto final caracterizado por una fuerte deformación plástica. Esta deformación plástica progresiva conlleva una disminución paulatina del diámetro del alambre y un aumento de su longitud.

Desde el punto de vista del comportamiento mecánico del material, el proceso de trefilado produce un aumento del límite elástico y de la resistencia del acero mediante mecanismos de endurecimiento por deformación. Desde un punto de vista microestructural, el trefilado produce una reordenación progresiva de las colonias de perlita, de tal suerte que a medida que aumenta la deformación plástica del alambre, las colonias de perlita se reorientan

en una dirección muy próxima a la del trefilado y, por lo tanto, a la del alambre [1]. Se ve pues que las propiedades del acero se ven mejoradas gracias a mecanismos de endurecimiento por deformación (deformación plástica acumulada) y a una reorganización añadida de la microestructura perlítica del acero como consecuencia del proceso de trefilado.

Continuando la investigación ya planteada en anteriores encuentros del Grupo Español de Fractura, este artículo se centra en el estudio del comportamiento claramente anisótropo en fractura que presentan determinados alambres entallados de acero perlítico, en función de su grado de deformación plástica acumulada y del tipo de entalla que poseen. Para ello se han realizado ensayos de tracción sobre muestras entalladas de aceros perlíticos fuertemente trefilados (últimas hileras del tren de trefilado) sin llegar a la fractura final por separación total de superficies. Los ensayos se han detenido en los instantes previos a la fractura final para poder examinar el daño microestructural que se ha producido en el material y relacionarlo de esta manera con el comportamiento anisótropo en fractura.

2. COMPORTAMIENTO HASTA FRACTURA

2.1. Material empleado

Los materiales empleados en los ensayos de fractura fueron alambres de acero eutectoide con grado de trefilado variable, desde el alambón inicial sin trefilar hasta el alambre de pretensado comercial fuertemente trefilado. En la Tabla 1 se representa la composición química de los distintos aceros y en la Tabla 2 se exponen los diámetros sucesivos así como sus propiedades mecánicas. Los aceros se han identificado con los números del 0 al 6 que es un indicativo del paso de trefilado al cual pertenecen, siendo el acero 0 el alambón inicial sin trefilar y el acero 6 el producto final del trefilado (alambre de pretensado comercial).

Tabla 1. Composición química del acero.

C	Mn	Si	P	S	Al	Cr	V
0.80	0.69	0.23	0.012	0.009	0.004	0.265	0.06

Tabla 2. Datos característicos de los aceros.

Acero	D (mm)	D _i /D ₀	E(GPa)	σ _y (GPa)	σ _R (GPa)
0	12.00	1	197.4	0.686	1.175
1	10.80	0.9	201.4	1.100	1.294
2	9.75	0.82	203.5	1.157	1.347
3	8.90	0.74	197.3	1.212	1.509
4	8.15	0.68	196.7	1.239	1.521
5	7.50	0.63	202.4	1.271	1.526
6	7.00	0.58	198.8	1.506	1.762

Desde un punto de vista macroscópico el trefilado muestra como resultado una disminución progresiva del diámetro del alambre y un aumento de su longitud gracias a la deformación plástica producida en cada una de las hileras de trefilar. Desde un punto de vista microscópico y centrándose en la microestructura de los alambres, se observa que a medida que aumenta el grado de deformación plástica durante el proceso de trefilado la disposición de las colonias de perlita en los alambres tiende a alinearse en la dirección de trefilado.

En la Fig. 1 izda. se muestra una sección metalográfica longitudinal del acero 0 (alambón inicial sin trefilar) en la cual se pueden observar distintas colonias de perlita cuya orientación en el alambre es aleatoria. A medida que aumenta la deformación plástica producida por el trefilado se observa que las colonias de perlita se reorganizan dentro de la masa metálica del acero, presentando una dirección tanto más próxima a la del trefilado (eje longitudinal del alambre) cuanto mayor es el grado de deformación plástica. Se puede comprobar que para el acero fuertemente trefilado (acero 6) la dirección de las colonias de perlita así como sus láminas de ferrita y cementita coincide con la del eje longitudinal del alambre (Fig. 1 dcha.).

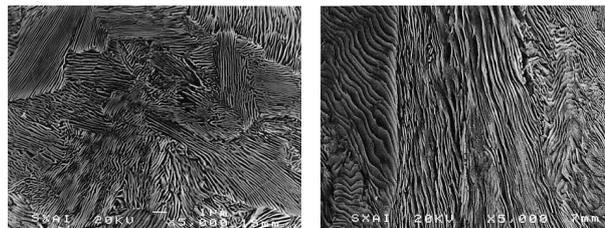


Fig. 1. Sección metalográfica longitudinal del acero 0 (izda.) y del acero 6 (dcha.).

2.2. Tipos de muestras.

Se han utilizado probetas axisimétricas entalladas con las geometrías mostradas en la Fig. 2. Cada una de las entallas ha sido mecanizada manteniendo constante las relaciones C/D y R/D para todo grado de trefilado, siendo C la profundidad de la entalla, R el radio de curvatura de la misma y D el diámetro nominal del alambre de acero correspondiente.

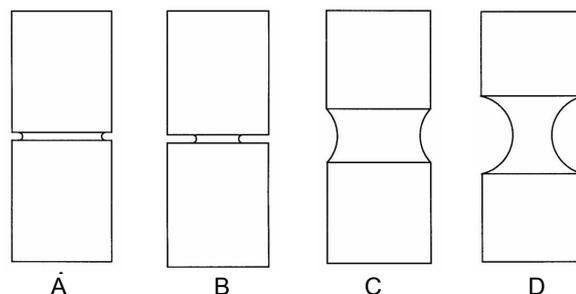


Fig. 2. Esquema de las probetas axisimétricas entalladas con geometrías de entalla A, B, C y D.

2.3. Comportamiento macroscópico hasta fractura.

Cada una de las probetas entalladas se ha sometido a un ensayo de fractura bajo sollicitación de tracción en dirección axial. Se han realizado tres ensayos para cada geometría (cuatro en total) y grado de trefilado (siete en total) analizados. La descripción de los ensayos y los principales resultados pueden encontrarse en la ref. [2]. En cuanto al análisis fractográfico se refiere, los micro-mecanismos de fractura, así como la zona de proceso de fractura, son función del grado de trefilado y de la geometría de entalla que se considere, quedando todo ello reflejado en anteriores encuentros del Grupo Español de Fractura [3].

Desde el punto de vista de la superficie de fractura que presentan las probetas una vez ensayadas, llama poderosamente la atención el acusado comportamiento anisótropo en fractura que muestran algunas probetas. Dicho comportamiento anisótropo se materializa en una clara y marcada deflexión del camino de fractura con relación al plano que contiene la sección neta del alambre (considerando el fondo de entalla) para el caso de determinadas probetas. Tales probetas se corres-

ponden con aquellas que pertenecen a un acero fuertemente trefilado (paso de trefilado ≥ 3) y que poseen una entalla tipo A o B, siendo estas entallas las que provocan una mayor triaxialidad tensional [4]. A modo de ejemplo véanse las Figs. 3 y 4, en las cuales se representan cuatro probetas que muestran dicho comportamiento anisotrópico en fractura.

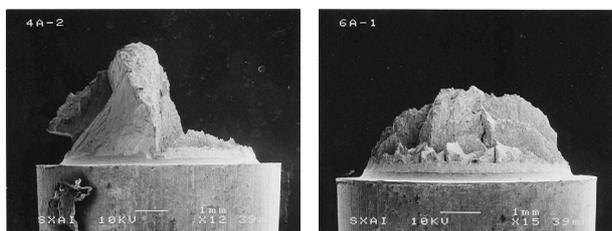


Fig. 3. Probetas con entallas tipo A: acero 4A (izda.) y acero 6A (dcha.).

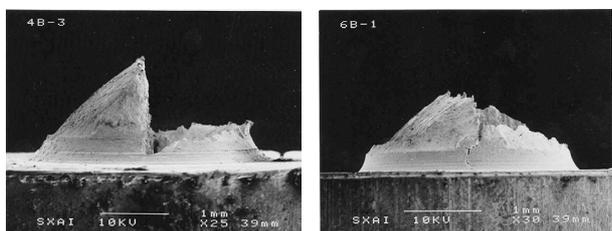


Fig. 4. Probetas con entallas tipo B: acero 4B (izda.) y acero 6B (dcha.).

En cuanto a las probetas correspondientes a los aceros fuertemente trefilados con entallas de gran radio de curvatura (C y D) se ha observado que no muestran este comportamiento anisotrópico en fractura, al mostrar una superficie de fractura contenida en un plano coincidente con el de la sección neta del alambre de forma muy similar a los ensayos de tracción simple. A modo de ejemplo ilustrativo véase la Fig. 5, en ella se representa una vista en planta de la superficie de fractura de una probeta 5C y 6D en las cuales se puede observar la inexistencia del comportamiento anisotrópico en fractura.

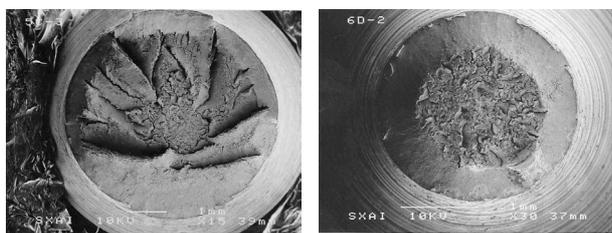


Fig. 5. Fractura isotrópica: probeta 5C (izda.) y probeta 6D (dcha.).

Este comportamiento anisotrópico en fractura ha sido explicado, en función del valor y distribución de la tensión anular que existe en el fondo de entalla de los alambres, en anteriores encuentros del GEF [5]. En este artículo se pretende dar una explicación del comportamiento anisotrópico en fractura mediante el daño microestructural, previo a la fractura final, consecuencia del tipo de entalla existente.

3. DAÑO PREVIO A LA FRACTURA

3.1. Solicitación a tracción sin fractura final.

Los ensayos de sollicitación a tracción realizados (sin alcanzar la fractura final) se han centrado únicamente en el producto final (acero 6), acero comercial fuertemente trefilado, con los cuatro tipos de entalla mencionados anteriormente. Los ensayos se llevaron a cabo mediante sollicitación a tracción de las probetas en una máquina de tracción universal hasta el instante previo a la fractura total de las mismas. Una vez ensayadas, fueron extraídas de la máquina para observar su daño microestructural en la zona correspondiente a la entalla.

Para realizar los ensayos se ha procedido de dos formas según el tipo de entalla que posee la probeta en cuestión. Para el caso de las probetas del acero 6 con entallas de pequeño radio de curvatura (A y B) se han realizado los ensayos de sollicitación a tracción hasta un valor del desplazamiento u registrado por el extensómetro ligeramente inferior al de rotura u_R . En este punto conviene señalar que las curvas carga-desplazamiento (F-u) obtenidas para este tipo de entallas (A y B) son totalmente crecientes hasta la rotura final [2], para todo tipo de acero considerado.

Para el caso de las probetas del acero 6 con entallas de gran radio de curvatura (C y D), se tiene que la curva carga-desplazamiento que muestra el acero es totalmente ascendente hasta alcanzar un valor máximo en la carga aplicada F_{max} , para a continuación mostrar un tramo de curva con decremento de carga e incremento del desplazamiento registrado por el extensómetro [2]. Precisamente, este tramo de descenso de carga es el que se emplea (entallas C y D) para detener el ensayo antes de la rotura final de las probetas por separación total de superficies.

3.2. Análisis del daño previo a la fractura.

Una vez que las probetas han sido ensayadas mediante sollicitación a tracción hasta los instantes previos a la inminente rotura final, se han retirado las probetas de la máquina de ensayo y se ha realizado un corte metalográfico *longitudinal* de las mismas a la altura de la entalla mecánica. A continuación se han embutido en una resina epoxy de tipo fenólico con el objeto de poder realizar un pulido metalográfico sobre dichas secciones longitudinales.

Una vez que las muestras se encontraban pulidas convenientemente, se ha procedido al ataque químico de la superficie de pulido mediante una solución de Nital diluida al 3% durante unos 5 segundos, para poder distinguir con claridad la microestructura del material en el microscopio electrónico de barrido.

La búsqueda del daño microestructural que presenta el acero antes de su fractura total se ha realizado siguiendo el criterio de la concentración máxima de la tensión

axial σ_z y la tensión anular σ_θ (causante esta última del comportamiento anisótropo en fractura) en la sección neta del alambre considerado. Ambas distribuciones tensionales son de la misma forma a lo largo del radio neto del alambre (fondo de entalla); si bien entre ellas existe una diferencia de escala, puesto que los valores de σ_z son de mayor cuantía que los de σ_θ . Para ambas tensiones (Figs. 6 y 7) el valor máximo se encuentra en las cercanías del fondo de entalla para las probetas con entallas tipo A y B (pequeño radio de curvatura), y en la zona central del alambre para las probetas con entallas tipo C y D. En la Fig. 7 se representa la distribución de la tensión anular a lo largo del radio neto del alambre desde el fondo de entalla ($x = 0$) hasta el eje longitudinal de los mismos ($x = \text{valor del radio neto del alambre para cada tipo de entalla}$).

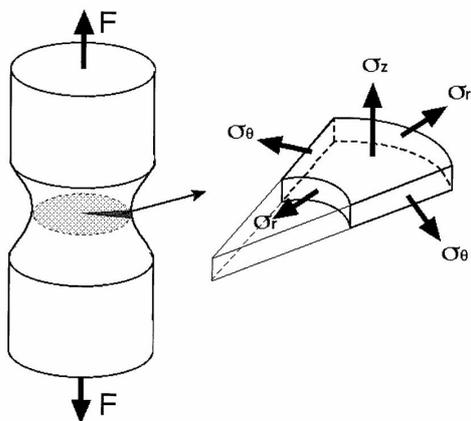


Fig. 6. Distribución tensional en la sección neta de los alambres entallados.

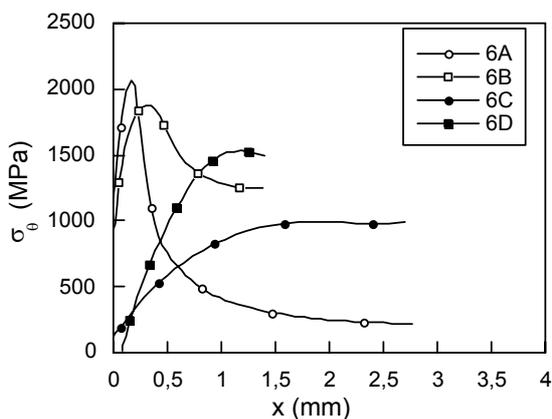


Fig. 7. Distribución de σ_θ a lo largo del radio neto del acero 6 (producto final) para los cuatro tipos de entallas.

4. RESULTADOS Y DISCUSIÓN

Para el caso de las entallas de pequeño radio de curvatura (A y B) se ha buscado el daño microestructural en las cercanías del fondo de entalla: lugar donde se concentra la tensión anular máxima, responsable del comportamiento anisótropo en fractura.

La observación en el microscopio electrónico de barrido ha permitido encontrar daño microestructural, en forma de microfisuras totalmente orientadas en la dirección del eje longitudinal del alambre. Algunas de estas microfisuras han sido generadas a partir de inclusiones existentes en el propio material, mientras que otras se han generado entre colonias y entre láminas de perlita (delaminación de la perlita).

En la Fig. 8 se representa la microestructura de un acero 6A (acero comercial fuertemente trefilado con una entalla tipo A, nótese la dirección longitudinal del alambre claramente indicada por la dirección de las colonias de perlita) en una zona muy próxima al fondo de entalla, esto es, la zona de proceso de fractura [3]. En dicha representación se aprecia una fuerte delaminación microestructural que implica una clara desviación del camino de fractura, esto es, propagación de la fractura en la dirección longitudinal del alambre.

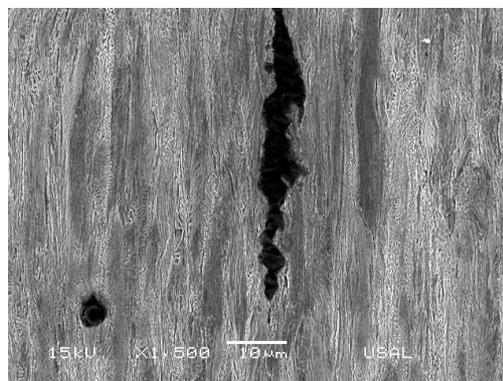


Fig. 8. Daño microestructural en la zona de proceso de fractura para un acero 6A.

Durante la observación del daño microestructural previo a la fractura final, se ha encontrado que las fisuras y delaminaciones longitudinales tienen su origen en pequeñas partículas de segunda fase (inclusiones). Cuando esto ocurre así se observa que la fisuración causada en el alambre tiende a separarse de la inclusión por efecto de la tensión hidrostática y de la tensión anular, actuando esta última en un plano diametral y paralelo a la dirección del eje del alambre (Figs. 9 y 10).

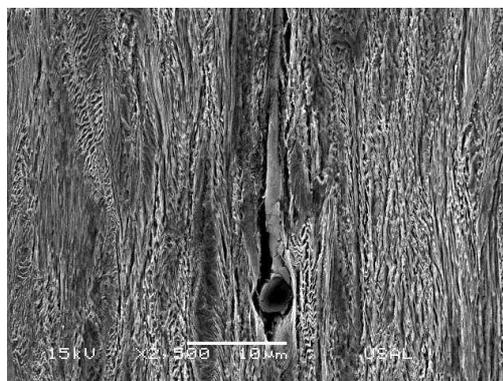


Fig. 9. Fisura creada en torno a una inclusión en aceros con entallas tipo A y B.

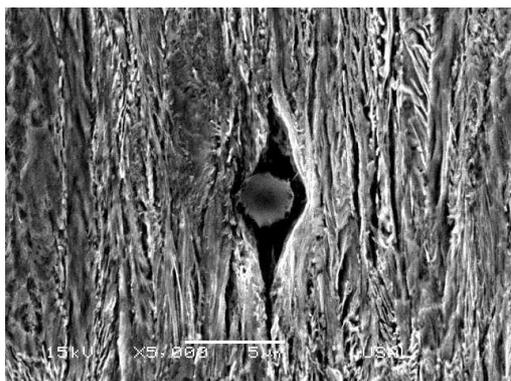


Fig. 10. Inclusión con delaminación múltiple.

Las probetas con entallas tipo C y D (gran radio de curvatura) muestran una superficie de fractura contenida en planos coincidentes con aquel que contiene la sección neta del alambre (comportamiento isotrópico en fractura, véase la Fig. 5), mostrando irregularidades como aquellas mostradas en los ensayos de tracción simple sobre probetas lisas.

En cuanto al daño microestructural que presentan las probetas antes de la fractura final, se ha encontrado que está formado por microfisuras orientadas en la dirección longitudinal del alambre y también por fisuración en una dirección transversal al mismo (Fig. 11). El daño microestructural transversal está conformado por microfisuración puntual de láminas adyacentes de cementita y de ferrita (Fig. 12) llegando a atravesar varias colonias de perlita. Este daño microestructural es un embrión de una superficie de fractura por crecimiento y coalescencia de microhuecos (CMH), el cual se acumula en el centro la sección neta: la *zona de proceso de fractura* [3] para este tipo de entallas.

Se ha encontrado también daño microestructural en una dirección inclinada 45° con relación al eje longitudinal del alambre (Fig. 13), siendo este tipo de daño idéntico al encontrado en la dirección transversal: extensa microfisuración de láminas de cementita y ferrita. Este tipo de daño es el causante de los múltiples valles y crestas típicos de su superficie de fractura isotropa, la cual se encuentra formada toda ella por CMH.

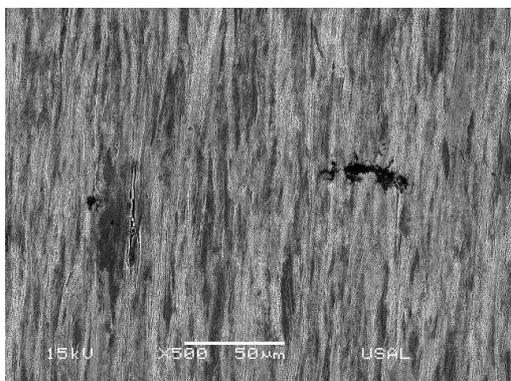


Fig. 11. Daño microestructural en las direcciones longitudinal y transversal del acero 6C.

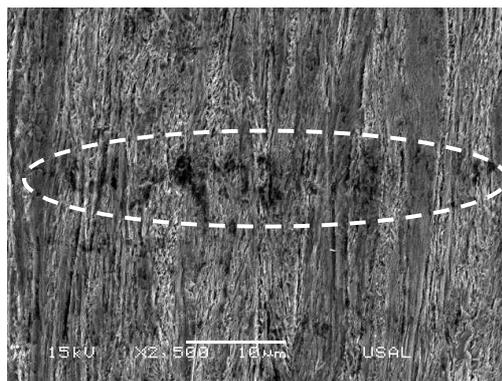


Fig. 12. Daño microestructural transversal (acero 6C).

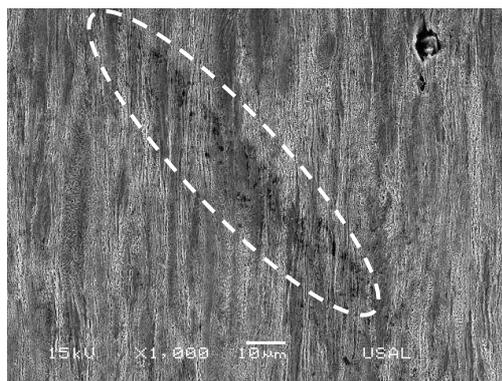


Fig. 13. Daño microestructural inclinado (acero 6C).

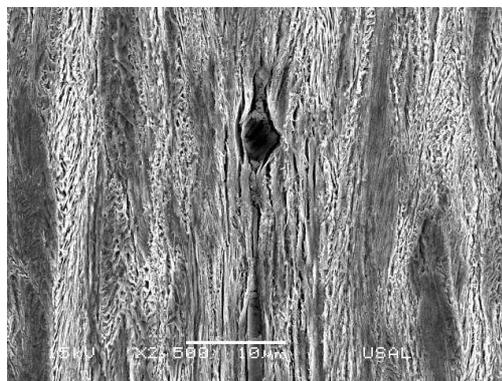


Fig. 14. Fisuración creada en torno a una inclusión en aceros fuertemente trefilado con entallas C y D.

En cuanto a las inclusiones encontradas se ha observado que se generan microfisuras en torno a las mismas de forma parecida a la encontrada para las entallas con pequeño radio de curvatura (A y B). La diferencia particular encontrada para las probetas con entallas de gran radio de curvatura (C y D) es que la fisuración en torno a las inclusiones es menos acusada, y sobre todo que poseen una apertura de fisura considerablemente menor que en el caso de las probetas con entallas de pequeño radio de curvatura (Fig. 14).

La causa principal de esta discrepancia, en lo que a la apertura de las fisuras creadas en torno a las inclusiones se refiere, puede encontrarse en el valor de la tensión anular que actúa sobre la sección neta de los alambres

entallados. Dicha tensión anular σ_θ actúa sobre las inclusiones de forma perpendicular a la dirección de las colonias de perlita y por lo tanto a la dirección de las láminas de cementita y de ferrita, de tal forma que tiende a separar las láminas o las colonias de perlita adyacentes a la inclusión en cuestión. Para el caso de los aceros con entallas tipo A y B, el valor de la tensión anular es claramente mayor que para las entallas tipo C y D. En este caso parece lógico atribuir la apertura de éstas fisuras a la propia tensión σ_θ que actúa sobre la sección neta de los distintos alambres. En la Fig. 15 se muestra una fisura creada a partir de una inclusión, en la cual se puede observar que la apertura es mucho mayor para los aceros con entallas de pequeño radio de curvatura, entallas tipo A y B [Fig. 14 (izda.)].

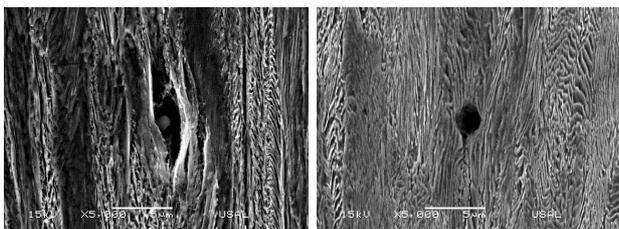


Fig. 15. Fisura creada en partículas de segunda fase: entallas A y B (izda.) y entallas C y D (dcha.).

5. CONCLUSIONES

Se ha estudiado el comportamiento en fractura de aceros fuertemente trefilados entallados, siendo las entallas de distinta geometría, con el fin de crear distintos niveles de constreñimiento en los aceros.

Sobre dichas probetas entalladas se han realizado ensayos de sollicitación a tracción, los cuales se han interrumpido en los instantes inminentemente previos a la fractura final por separación total de superficies.

Una vez interrumpidos los ensayos, se ha realizado un corte metalográfico longitudinal de las probetas a la altura de la entalla mecánica. La superficie resultante se ha preparado materialográficamente para la observación microscópica de su daño microestructural en los instantes previos a la fractura final de los aceros.

Para el caso particular de las entallas de pequeño radio de curvatura (tipos A y B), se ha encontrado delaminación múltiple en la microestructura del acero totalmente orientada en la dirección longitudinal del alambre considerado. Dicha delaminación es más acusada en la futura *zona de proceso de fractura* para este tipo de entallas, esto es, en la zona del alambre cercana al fondo de entalla.

Para el caso de las entallas de gran radio de curvatura (C y D), se ha encontrado daño microestructural por delaminación en la dirección longitudinal del alambre, y por microfisuración de las láminas de cementita y ferrita en una dirección transversal al mismo. Dicho daño

microestructural en la dirección transversal del alambre se encuentra ubicado en una zona central extensa de las probetas, la futura *zona de proceso de fractura* para los alambres con este tipo de entallas: la fractura se incuba en el centro del alambre y se propaga radialmente.

La tensión anular σ_θ es la causante del comportamiento anisótropo en fractura de los aceros con entallas de pequeño radio de curvatura. Desde el punto de vista del daño microestructural causado se observa que la tensión anular provoca una mayor apertura de fisura por delaminación en las entallas de gran triaxialidad tensional (entallas tipo A y B), provocando de esta forma la *deflexión del camino de fractura por delaminación en los aceros de pretensado comerciales*.

AGRADECIMIENTOS

Los autores desean agradecer la financiación de su investigación en la Universidad de Salamanca por parte de las siguientes instituciones: Ministerio de Ciencia y Tecnología (MCYT) y FEDER (Proyecto MAT2002-01831), Ministerio de Educación y Ciencia (MEC, proyecto BIA 2005-08965), Junta de Castilla y León (JCYL; Proyecto SA078/04 y SA067A05) y Fundación “Memoria de D. Samuel Solórzano Barruso”. Además, los autores desean expresar su gratitud a la factoría EMESA TREFILERIA S.A. (La Coruña) por el suministro de acero utilizado en el programa experimental.

REFERENCIAS

- [1] Ovejero, E. (1998), “Fractura en ambiente agresivo de aceros perlíticos con distinto grado de trefilado”, Tesis doctoral, Universidad de A Coruña.
- [2] F.J. Ayaso y J. Toribio (2001), “Comportamiento en fractura de alambres entallados de acero de alta resistencia: influencia del límite elástico”, *An. Mec. Fractura* **18**, 295-302.
- [3] F.J. Ayaso y J. Toribio (2002), “Micromecanismos de fractura en aceros perlíticos progresivamente trefilados”, *An. Mec. Fractura* **19**, 141-146.
- [4] F.J. Ayaso y J. Toribio (2002), “Modelización del proceso de fractura en probetas entalladas mediante el método de los elementos finitos”, *An. Mec. Fractura* **19**, 385-392.
- [5] F.J. Ayaso y J. Toribio (2002), “Tensión anular de clivaje necesaria para la deflexión del camino de fractura en aceros perlíticos trefilados”, *An. Mec. Fractura* **22**, 197-202.

COMPORTAMIENTO EN FRACTURA DE ALAMBRES DE ACERO DE PRETENSADO

J.C. Matos¹, B. González², J. Toribio²

¹Departamento de Informática y Automática, Universidad de Salamanca
E.P.S., Campus Viriato, Avda. Requejo 33, 49022-Zamora, España.
Correo-e: jcmatos@usal.es
Tfno: 980 54 50 00 Ext. 3636. Fax: 980 54 50 02

²Ingeniería de Materiales, Universidad de Salamanca
E.P.S., Campus Viriato, Avda. Requejo 33, 49022-Zamora, España.
Correo-e: a25809@aida.usal.es

RESUMEN

Este artículo estudia el comportamiento en fractura de alambres de acero perlítico: alambón y acero de pretensado. Se han realizado ensayos de fractura en probetas cilíndricas con entallas iniciales realizadas mecánicamente o con láser, y propagadas mediante ensayos de fatiga, que han permitido determinar la tenacidad de fractura, independientemente de la profundidad de fisura relativa y la intensidad del último escalón de fatiga realizado. Estudiando la superficie de fractura a nivel macroscópico y microscópico para ambos aceros, se observa como la fractura pasa de un comportamiento totalmente isótropo a otro anisótropo, reflejo de los cambios producidos en la microestructura durante el trefilado.

ABSTRACT

This paper studies the fracture behaviour of pearlitic steel rods in the form of the hot rolled bar and cold drawn wire. To this end, fracture test were performed on cylindrical specimens with a pre-notch made by mechanical machining or laser techniques, and subjected later to fatigue cracking, to determine the fracture toughness with independence of the crack depth and the intensity of the last fatigue step. After observation of the fracture surfaces at the macro- and micro- levels on both steels, it is observed that the behaviour is isotropic in the hot rolled bar and clearly anisotropic in the cold drawn wire, a consequence of microstructural changes after cold drawing.

ÁREAS TEMÁTICAS PROPUESTAS: Fractura de Materiales Metálicos y Hormigón.

PALABRAS CLAVE: Fractura, Tenacidad, Acero de pretensado, Anisotropía.

1. INTRODUCCIÓN

El acero perlítico trefilado, en forma de alambres de alta resistencia, se utiliza frecuentemente en la técnica del hormigón pretensado, y suele estar sometido durante su vida en servicio a solicitaciones de naturaleza oscilante que pueden dar lugar al crecimiento de fisuras por fatiga y a su posterior fractura.

El tamaño y la geometría de las varillas de acero no siempre permiten aplicar la Norma para el cálculo de la tenacidad de fractura, lo que ha motivado la aparición de trabajos sobre fractura en alambres con objeto de obtener dicha tenacidad [1,2]. El factor de intensidad de tensiones adimensional en fisuras con frente recto, circular o elíptico, en geometrías cilíndricas, ha sido ampliamente estudiado mediante diversos métodos: elementos finitos, técnicas experimentales (flexibilidad, tensiones fotoelásticas, propagación de fisuras por fatiga), ecuación de la integral de contorno y otras técnicas numéricas [3-7].

Este artículo analiza las diferencias existentes en el comportamiento en fractura entre el alambón y el acero de pretensado. El proceso de endurecimiento por

deformación al que ha sido sometido este último, además de provocar una mejora considerable en sus propiedades mecánicas, afecta de manera notable a su comportamiento en fractura.

2. PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL

El ensayo consistió en deformar en modo I una probeta cilíndrica, previamente fisurada, y medir la carga crítica que inicia el crecimiento de fisura. Se tuvieron en cuenta dos consideraciones, que la zona plastificada en el fondo de la fisura fuera pequeña y que el ensayo transcurriera en condiciones de deformación plana.

2.1. Materiales utilizados y sollicitación aplicada

El material utilizado fue acero perlítico de composición eutectoide. Se estudió en su estado inicial, alambón (E0), el cual procede de una laminación en caliente, y el producto final resultante de someter este acero a un proceso de trefilado en varios pasos, acero de pretensado (E7). Las curvas σ - ϵ de ambos aceros (Figura 1) muestran una mejora en sus propiedades mecánicas características con el trefilado [8].

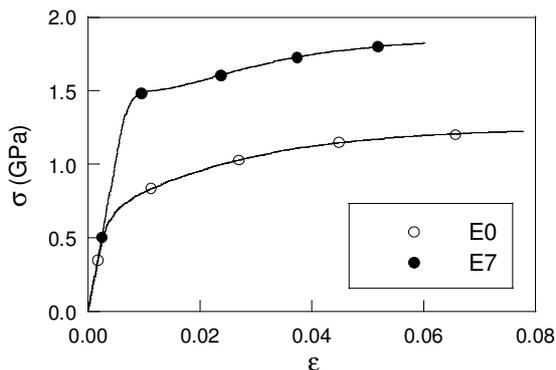


Figura 1. Curvas tensión-deformación de los aceros.

Las probetas para los ensayos de fractura se tomaron en forma de varillas de sección circular, de diámetros 11.0 y 5.1mm para el alambrcn y el acero de pretensado respectivamente, y se les efectuó una fisura inicial mecánica o mediante láser para condicionar en ese punto la iniciación de la fisura de fatiga. Se realizaron uno o varios escalones de fatiga en carga decreciente, y se fracturó en control de desplazamiento del carro de la máquina obteniéndose la curva carga-desplazamiento.

La tecnología láser frente al mecanizado provoca una deformación plástica menor en el fondo de la fisura, consiguiéndose relaciones de aspecto iniciales más variadas y facilitando la iniciación de fisuras por fatiga.

2.2. Modelización del frente de fisura

El frente de fisura se modelizó como un arco simétrico de elipse con su centro situado en la periferia de la varilla, tomando un conjunto de puntos de dicho frente que fueran aproximadamente equidistantes y utilizando un método de mínimos cuadrados para su ajuste [9].

Los parámetros que definen la modelización elíptica del frente de fisura son: la profundidad de fisura relativa a/D y la relación de aspecto a/b (Figura 2). Cada punto del frente de fisura simétrico, P , se caracteriza mediante la relación de posición x/h .

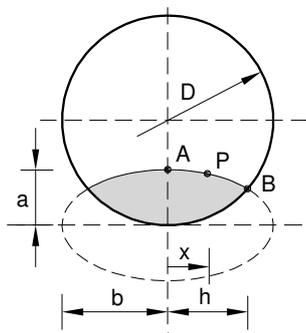


Figura 2. Modelización del frente de fisura.

2.3. Factor de intensidad de tensiones

El criterio de fractura escogido fue el basado en el factor de intensidad de tensiones, es decir $K_I = K_{IC}$ (criterio de fractura local). La fractura puede ocurrir cuando el valor

medio del factor de intensidad de tensiones a lo largo del frente de fisura alcanza un valor crítico, o cuando el valor máximo del factor de intensidad de tensiones a lo largo del borde de la fisura sea el que alcance este valor crítico. Este último criterio fue expresado de manera formal por Bui y Dang Van [10], como:

$$\text{Sup}_{\Gamma} K_I(s) = K_{IC} \tag{1}$$

donde Γ es el dominio, es decir, la línea de la fisura.

La situación tridimensional implica que el factor de intensidad de tensiones depende de la geometría de la fisura, la profundidad de la misma y la posición sobre el borde de la fisura, como se indica en la ecuación:

$$K_I = K_I \left(\frac{a}{D}, \frac{a}{b}, \frac{x}{h} \right) = M \left(\frac{a}{D}, \frac{a}{b}, \frac{x}{h} \right) \sigma \sqrt{\pi a} \tag{2}$$

Se ha utilizado en el cálculo del factor de intensidad de tensiones adimensional la expresión triparamétrica propuesta por Shin y Cai para diferentes puntos del frente de fisura, partiendo del análisis de las tensiones resultantes mediante elementos finitos, en una modelización tridimensional del alambre fisurado en forma semielíptica y carga en tracción axial, y utilizando el método de extensión virtual de la fisura [7]:

$$M = \frac{K_I}{\sigma \sqrt{\pi a}} = \sum_{i=0}^2 \sum_{j=0}^7 \sum_{k=0}^2 M_{ijk} \left(\frac{a}{D} \right)^i \left(\frac{a}{b} \right)^j \left(\frac{x}{h} \right)^k \tag{3}$$

Los coeficientes M_{ijk} utilizados son para extremos constreñidos (Tabla 1), pues en los ensayos se utilizaron mordazas hidráulicas rígidas de gran tamaño, que no permitían el giro de los extremos de la probeta.

Tabla 1. Coeficientes de Shin y Cai, M_{ijk} .

i	$j \setminus k$	0	1	2
0	0	1.095	0.113	-0.896
0	1	-1.336	1.824	3.092
0	2	13.108	-21.709	-4.197
0	3	-43.689	105.483	-13.255
0	4	134.868	-271.225	51.548
0	5	-242.653	387.47	-59.329
0	6	254.093	-290.024	13.481
0	7	-108.196	88.387	10.854
1	0	-1.177	0.271	0.904
1	1	17.924	-11.649	0.701
1	2	-137.252	98.358	-32.641
1	3	545.816	-415.027	204.104
1	4	-1223.334	982.713	-568.407
1	5	1541.587	-1329.634	857.543
1	6	-1006.656	961.893	-657.659
1	7	264.206	-288.565	191.57
2	0	0.725	-0.388	0.008
2	1	-17.427	10.074	-4.883
2	2	134.652	-80.088	55.092
2	3	-551.902	328.165	-305.079
2	4	1239.493	-772.921	916.962
2	5	-1548.537	1055.952	-1545.428
2	6	969.388	-784.581	1372.595
2	7	-227.132	245.798	-485.556

2.4. Carga crítica

El cálculo del factor de intensidad de tensiones crítico se realizó con la carga máxima F_{max} . Para caracterizar la deformación plástica del acero se utilizó la relación F_{max}/F_5 , donde F_5 se define como el punto de corte de la curva del registro obtenido (Figura 3) con la recta secante que pasando por el origen de coordenadas, tenga una pendiente del 95% de la pendiente de la tangente en el origen a la curva.

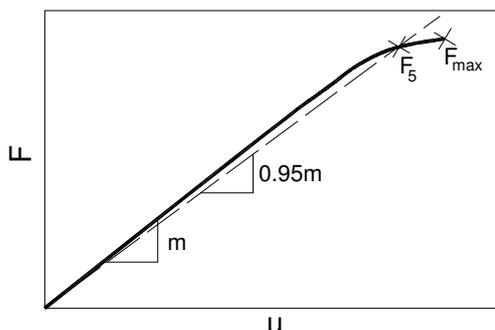


Figura 3. Curva carga (F) - desplazamiento (u).

2.5. Análisis fractográfico

Se han tomado fotografías a pocos aumentos de las superficies de fractura en planta, vista frontal y una sección media para los aceros estudiados. Mediante microscopía electrónica de barrido se ha observado de forma microscópica la superficie de fractura, utilizándose aumentos de x1000 y x2500.

3. RESULTADOS EXPERIMENTALES

3.1. Tenacidad de fractura

Se han realizado ensayos de fractura (veinte ensayos en el alambroón y veinte en el acero de pretensado), recorriendo las distintas variables consideradas: profundidad de fisura relativa a/D , relación de aspecto a/b , grado de plasticidad F_{max}/F_5 e intensidad de los últimos ciclos de fatiga $K_{max,f}/K_{max}$. Los resultados, para los dos tipos de acero objeto de estudio, se muestran en las Figuras 4 a 11.

En las fisuras con forma de arco de elipse, situadas en la sección transversal de las varillas, se produce en general deformación plana, pero en la zona próxima al borde del alambre hay tensión plana. El frente de fisura se va a recorrer desde el centro, $x/h=0.0$, hasta un punto muy próximo al extremo, $x/h=0.9$, donde se ha considerado que existe deformación plana [4,5].

El factor de intensidad de tensiones crítico se da en forma de intervalo al recorrer el frente de fisura, y siempre tomando modo I. En el estudio de la superficie de fractura en el acero de pretensado existe modo mixto, pero el inicio de fisura parece continuar la fatiga en una pequeña zona donde se considerará una fractura ya inestable.

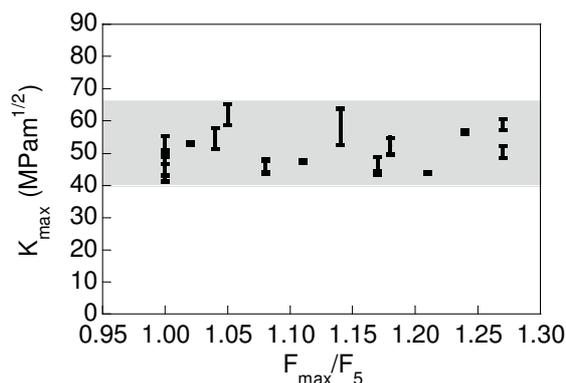


Figura 4. K_{max} frente F_{max}/F_5 (E0).

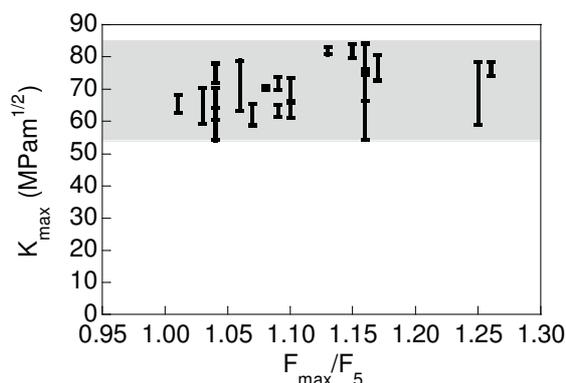


Figura 5. K_{max} frente F_{max}/F_5 (E7).

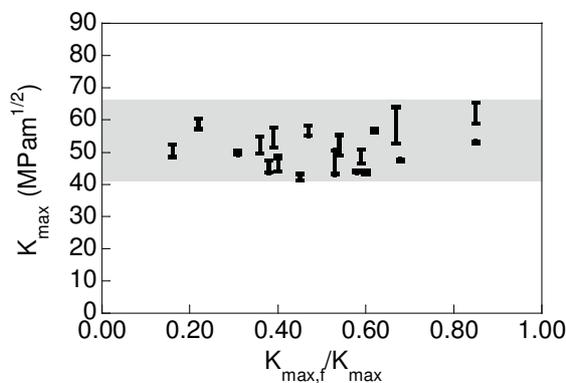


Figura 6. K_{max} frente $K_{max,f}/K_{max}$ (E0).

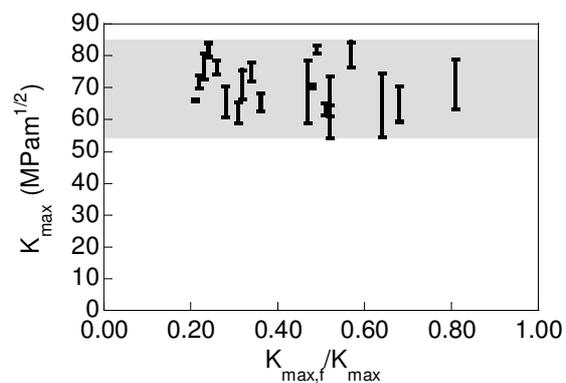


Figura 7. K_{max} frente $K_{max,f}/K_5$ (E7).

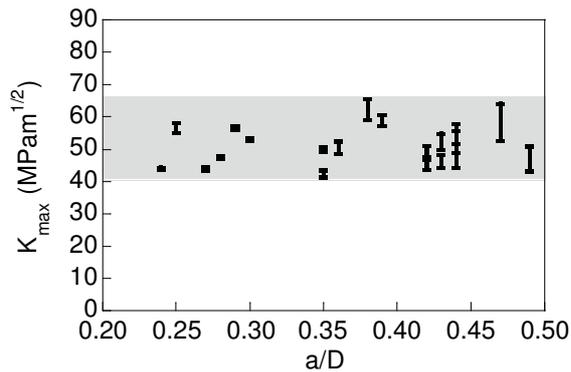


Figura 8. K_{max} frente a/D (E0).

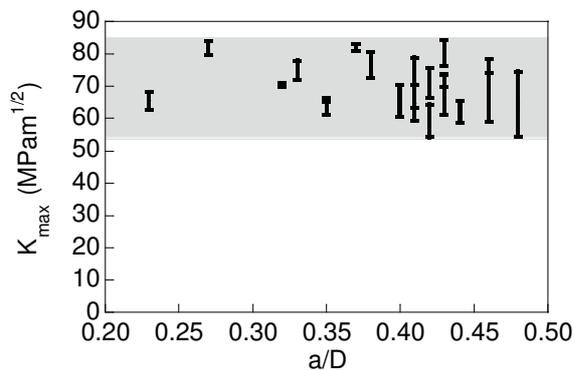


Figura 9. K_{max} frente a/D (E7).

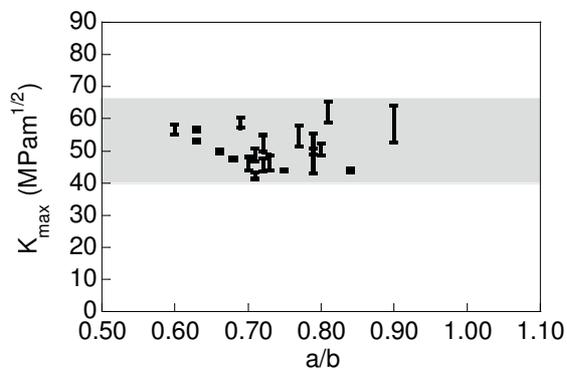


Figura 10. K_{max} frente a/b (E0).

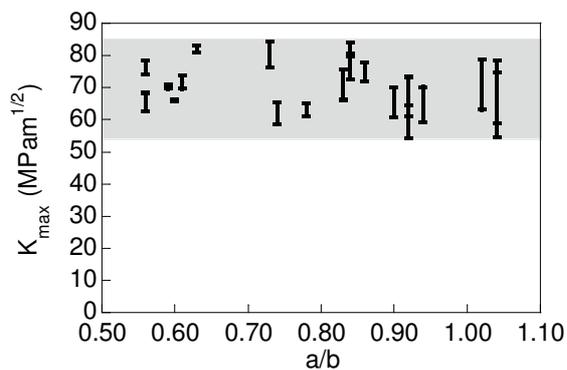


Figura 11. K_{max} frente a/b (E7).

3.2. Fractografías

En el alambrcn (Figura 12) se observa que la fractura transcurre en un nico plano perpendicular al eje del alambre, habiendo crecido en forma de abanico desde la fatiga, y termina en unos pequeos labios de cizalladura a 45° de unas dcimas de micra.

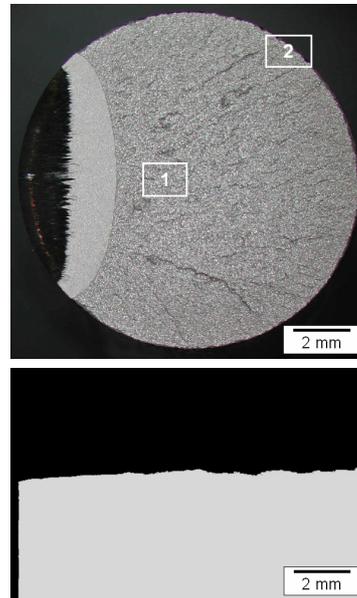


Figura 12. Planta y secci3n (E0).

La fractografía muestra clivajes, tpicos de una fractura frgil con apenas deformaci3n plstica, donde las marcas de rfo indican la direcci3n del avance de fisura. En los labios d3ctiles se observa coalescencia de microhuecos (CMH, Figura 13).

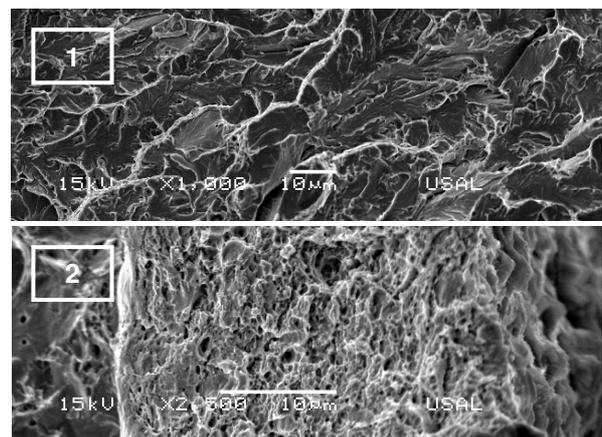


Figura 13. Fractografía (E0).

El acero de pretensado (Figura 14) presenta una gran anisotropía a consecuencia de la microestructura orientada, mostrando su fractografía distintas zonas: una zona pr3xima a la fisura de fatiga, continuaci3n de la misma, que acaba a unos 45°, y donde se encuentra la zona de proceso; un área intermedia de apariencia m3s porosa, rodeada de otra regi3n de crestas de paredes muy escarpadas con inclinaciones de 45° y 90°; y una corona exterior t3pica de la formaci3n copa y cono a 45°.

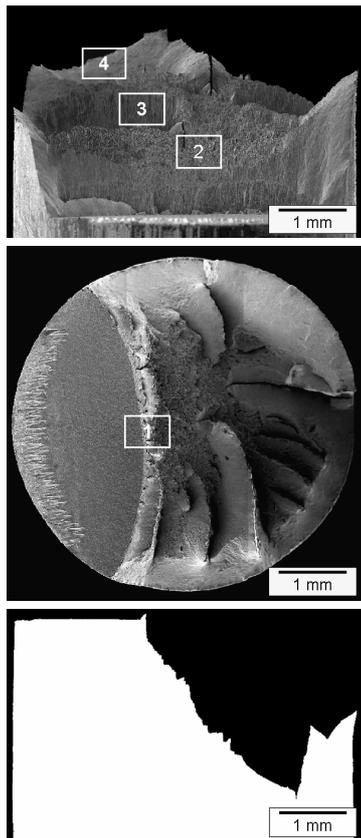


Figura 14. Vista frontal, planta y sección (E7).

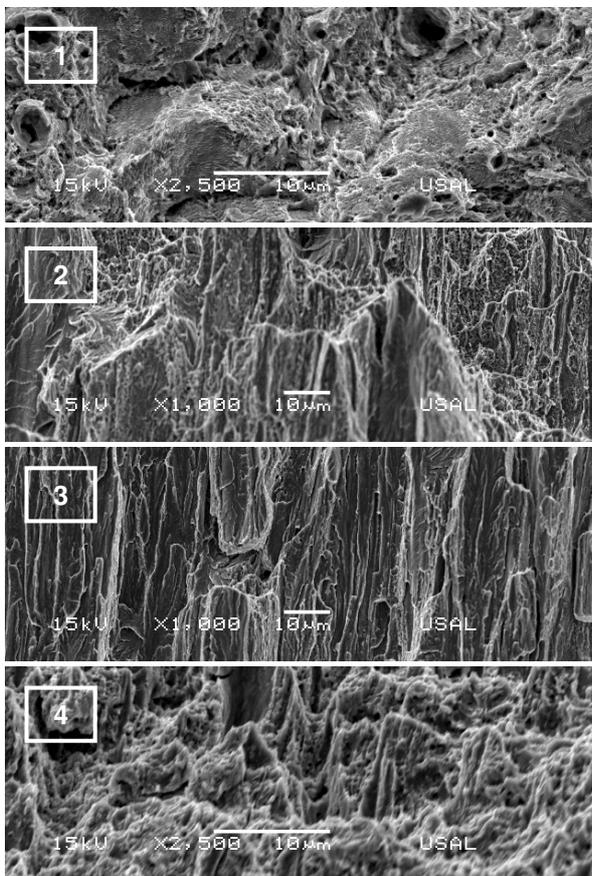


Figura 15. Fractografía corona fatiga, zona intermedia, crestas y corona exterior (E7).

La fractura en el acero de pretensado es más dúctil, con una gran deformación plástica que se traduce en la aparición de coalescencia de microhuecos (CMH) de distintos tamaños y formas, junto con clivajes alargados en las frecuentes paredes verticales (Figura 15).

4. DISCUSIÓN

No se ha obtenido una variación de K_{max} con ninguno de los parámetros estudiados, lo que sugiere que en este artículo se ha delimitado la tenacidad de fractura para ambos aceros. El estudio muestra además que existe una gran dispersión en los valores obtenidos para la tenacidad de fractura en estos ensayos, que puede enmascarar algún tipo de efecto.

El proceso de trefilado provoca una mejora considerable en el comportamiento en fractura del acero con un elevado aumento de la tenacidad de fractura, como muestra la Tabla 2.

Tabla 2. Tenacidad de fractura de los aceros.

Acero	E0	E7
ϵ^p_{acum}	0.00	1.57
K_{IC} (media en el frente de fisura)	50.8	70.1
K_{IC} (valor máximo en DP)	52.7	74.2

En el crecimiento de fisuras por fatiga, de acuerdo a la ley de Paris, el frente no tiende a una forma isoparamétrica, sino que favorece las geometrías donde el factor de intensidad de tensiones es mayor en el borde que en el centro [11], como se observa en la mayoría de los ensayos realizados.

La fractura en el alambroón está contenida en la superficie transversal del alambre, mientras que en el último paso de trefilado muestra una gran anisotropía con frecuentes cambios de pendientes y paredes fundamentalmente a 45° y 90° [12]. Las fractografías muestran el paso de una superficie con fractura frágil (clivaje) a otra dúctil (CMH + clivajes alargados), existiendo pues un cambio en el mecanismo de fractura con el trefilado.

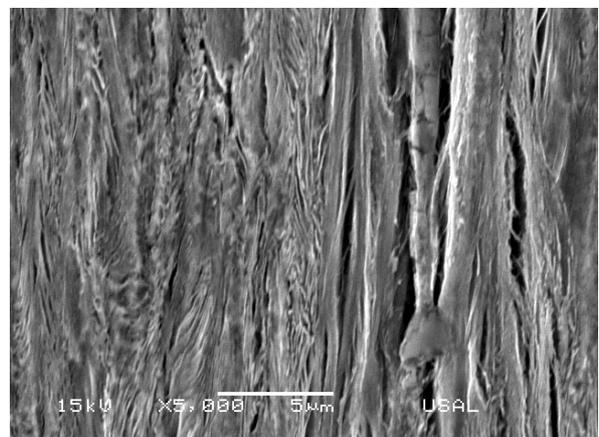


Figura 16. Delaminaciones en la fractura a 90° (E7).

En la sección longitudinal de la probeta fracturada del acero de trefilado (atacado con Nital), existen frecuentes delaminaciones en zonas cercanas a las fisuras paralelas al eje del alambre (Figura 16), que se originan debido a la evolución microestructural que ha sufrido con el trefilado. El alambrón está formado por colonias de láminas paralelas cuya orientación tiene la misma probabilidad en todas las direcciones y que se van orientando en la dirección longitudinal con el trefilado, disminuyendo de espesor [13]. Siendo las intercaras entre estas láminas orientadas caminos más débiles en el avance de las fisuras en el acero de pretensado.

5. CONCLUSIONES

El crecimiento de fisuras por fatiga en ambos aceros tiende a relaciones de aspecto en las cuales el factor de intensidad de tensiones adimensional es mayor en el borde del frente de la fisura que en el centro.

El proceso de trefilado provoca que aumente de forma considerable el valor de la tenacidad de fractura en dirección transversal, por lo que dicho proceso mejora notablemente el comportamiento en fractura del acero perlítico.

La fractura cambia desde una superficie contenida en su totalidad en un plano transversal (alambrón), a presentar diversas facetas de fractura con inclinaciones a 45 y 90° (acero de pretensado). En esta última superficie, se observan macroscópicamente varias zonas de fractura: una corona envolviendo la fatiga, una zona intermedia más fibrosa, una serie de crestas rodeando a la anterior y una corona exterior tipo copa-cono.

La fractura está formada por clivajes en el caso del alambrón y coalescencia de microhuecos más clivajes alargados en el acero de pretensado. La fractura frágil se hace más dúctil, produciéndose un cambio en el mecanismo de fractura con el proceso de trefilado.

La evolución de la microestructura con el trefilado conduce a la aparición de la fractura en direcciones longitudinales, donde es más fácil la delaminación, al haberse orientado las láminas en la dirección longitudinal.

AGRADECIMIENTOS

Los autores desean hacer constar su agradecimiento al Grupo de Óptica del Departamento de Física Aplicada de la Universidad de Salamanca por la preparación de probetas mediante tecnología láser. Así mismo, agradecen la financiación de la investigación por parte de las siguientes instituciones: MCYT-FEDER (Proyecto MAT2002-01831), MEC (Proyecto BIA2005-08965), Junta de Castilla y León (Proyectos SA078/04 y SA067A05) y Fundación "Memoria de D. Samuel Solórzano Barruso", así como el suministro de acero por parte de TREFILERÍAS QUIJANO.

REFERENCIAS

- [1] Toribio, J., Toledano, M. (2000). Fatigue and fracture performance of cold drawn wires for prestressed concrete. *Construction and Building Materials* **14**, 47-53.
- [2] Valiente, A., Elices, M., Astiz, M.A. (1982). La tenacidad de fractura en estudios tensionales tridimensionales. *Anales de Ingeniería Mecánica* **2**, 248-257.
- [3] Astiz, M. A. (1986). An incompatible singular elastic element for two- and three-dimensional crack problems. *International Journal of Fracture* **31**, 105-124.
- [4] Carpinteri, A. (1992). Elliptical-arc surface cracks in round bars. *Fatigue and Fracture of Engineering Materials and Structures* **15**, 1141-1153.
- [5] Levan, A., Royer, J. (1993). Part-circular surface cracks in round bars under tension, bending and twisting. *International Journal of Fracture* **61**, 71-99.
- [6] Couroneau, N., Royer, R. (2000). Simplifying hypotheses for the fatigue growth analysis of surface cracks in round bars. *Computers and Structures* **77**, 381-389.
- [7] Shin, C.S., Cai, C.Q. (2004). Experimental and finite element analyses on stress intensity factors of an elliptical surface crack in a circular shaft under tension and bending. *International Journal of Fracture* **129**, 239-264.
- [8] Ayaso, J., González, B., Matos, J.C., Vergara, D., Lorenzo, M., y Toribio, J. (2005). Análisis fractográfico de acero perlítico con distinto grado de trefilado en el ensayo de tracción simple. *Anales de Mecánica de la Fractura* **22**, 128-133.
- [9] Matos, J.C., González, B., Escuadra, J., Toribio, J. (2004). Un procedimiento automático de ajuste de una elipse para modelizar el frente de una fisura superficial. *Anales de la Mecánica de Fractura* **22**, 81-86.
- [10] Bui H.D., Dang Van K. (1979). Généralisation de la théorie de la rupture de Griffith. *Journal de Mécanique Appliquée* **3**, 205-225.
- [11] Lin, X.B., Smith, R.A. (1997). Shape growth simulation of surface cracks in tension fatigued round bars. *International Journal of Fatigue* **19** 461-469.
- [12] Toribio, J., Ovejero, E., Toledano, M. (1997) Microstructural bases of anisotropic fracture behaviour of heavily drawn steel. *International Journal of Fracture* **87** L83-L88.
- [13] Toribio, J., Ovejero, E. (1997) Microstructure evolution in a pearlitic steel subjected to progressive plastic deformation. *Materials Science and Engineering A* **234-236**, 579-582.

FRACTURA DE UNIONES SOLDADAS EN UN ACERO SUPERDÚPLEX SOMETIDO A DIFERENTES TRATAMIENTOS TÉRMICOS POSTSOLDADURA

T. Otárola¹, B. Bonnefois², M. Anglada¹, L. Coudreuse² y A. Mateo¹

¹ Dpto Ciencia de los Materiales e Ingeniería Metalúrgica, Universitat Politècnica de Catalunya,
Av. Diagonal 647, 08028-Barcelona, España.
E-mail: tomas.otarola@upc.edu
Tfno: 934054452 Fax: 934016706

²Centre de Recherches des Matériaux du Creusot,
F-71202, Arcelor-Industeel, Francia

RESUMEN

Con la finalidad de reducir las elevadas tensiones residuales que se generan al soldar, es muy generalizada la utilización de tratamientos térmicos postsoldadura (*Post-Welding Heat Treatments*, PWHT). El problema que se manifiesta en el caso de los aceros inoxidable dúplex radica en su susceptibilidad a la precipitación de fases fragilizantes cuando son sometidos a ciclos térmicos. En este trabajo se analizaron los efectos de distintos PWHT en la tenacidad a fractura y en la resistencia al impacto de uniones soldadas de un acero superduplex EN 1.4507. Los ensayos fueron realizados tanto en el cordón de soldadura como en la zona afectada térmicamente (ZAT). Las superficies de fractura fueron analizadas por microscopía electrónica de barrido (MEB), mientras que el seguimiento de las transformaciones microestructurales fue realizado mediante microscopía óptica y de transmisión (MET). Los resultados muestran que sólo dos de los cuatro PWHT considerados conducen a un incremento de tenacidad en la ZAT. Sin embargo, en ambos casos la tenacidad del cordón disminuyó en comparación con el acero sin tratamiento térmico.

ABSTRACT

Post Welding Heat Treatments (PWHT) are frequently used in order to diminish the magnitude of the high residual stresses generated on welding. But in duplex stainless steels there is an additional problem related to their susceptibility to intermetallic phase precipitation when they are exposed to thermal cycles. In this work, the effects of different PWHT on the fracture and impact toughness of welded unions of a superduplex steel EN 1.4507 were analyzed. Tests were realized both in the weld joint and in the HAZ. The toughness was evaluated by means of the critical values of CTOD and the fracture surfaces were analyzed by scanning electron microscopy (SEM). The analysis of the microstructural transformations was done by means of optical microscopy and transmission electron microscopy (TEM). The results show that only two of the four PWHT considered lead to an increase of toughness in the HAZ. Nevertheless, in both cases the toughness of the welded joint diminished compared to the steel without thermal treatment.

ÁREAS TEMÁTICAS PROPUESTAS: Fractura de Materiales Metálicos y Hormigón.

PALABRAS CLAVE: Aceros dúplex, Soldadura, Tenacidad.

1. INTRODUCCIÓN

Los aceros inoxidable dúplex se clasifican entre los de primera, segunda y tercera generación, en función del contenido creciente en nitrógeno incluido en su composición. Los dúplex de primera generación tienen buenas características mecánicas pero presentan limitaciones luego de ser soldados. Esto se debe a una excesiva cantidad de ferrita presente en la zona afectada térmicamente (ZAT) y la consecuente pérdida de tenacidad y de resistencia a la corrosión. Al alea los aceros dúplex con nitrógeno se logran en la ZAT tenacidades y resistencias a la corrosión similares a las del material base, debido a que este elemento es un fuerte estabilizador de la fase austenita [1-3].

Por otra parte, la selección del tratamiento de alivio de tensiones correcto es muy importante debido a la susceptibilidad de estos aceros a la formación de fases intermetálicas y otros precipitados en el rango de 300°C a 1050°C [4-5]. Básicamente se puede dividir en dos el rango de temperaturas, dependiendo de los precipitados formados. A temperaturas en el rango de 300°C a 550°C [6-7] se encuentra que el mecanismo principal de fragilización es la precipitación de la fase α' , ya sea por el nucleación y crecimiento o por descomposición espinodal. En el rango superior de temperaturas una gran diversidad de precipitados pueden aparecer, siendo los principales la fase σ , la fase χ , nitruros de cromo y carburos [8-12].

Esta susceptibilidad a la precipitación de fases indeseadas se ve incrementada con el aumento en los porcentajes de cromo y molibdeno [5]. De esta forma, los aceros de tercera generación son los más proclives a este fenómeno de precipitación, lo que dificulta la selección del PWHT óptimo. Esta búsqueda de un compromiso entre el alivio de tensiones residuales y la precipitación de fases indeseadas dio origen a esta investigación. En este trabajo se ha analizado la influencia de cuatro PWHT en la resistencia a fractura mediante ensayos Charpy y de tenacidad a fractura con el fin de determinar cual de ellos podía resultar más adecuado para su aplicación a nivel industrial.

2. PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL

El acero estudiado es un EN 1.4507, cuyo nombre comercial es Uranus 52N+. Su composición química se presenta en la Tabla 1, y su microestructura está compuesta por un 53% de ferrita y un 47% de austenita. Este acero comercial fue producido y soldado por Arcelor Industeel. La soldadura fue realizada mediante el sistema FCAW (*Flux Cored Arc Welding*), y se efectuó sobre planchas de 20x250x500 mm con electrodo de aporte ESAB OK 14.28. Se efectuaron nueve pasadas para configurar cada cordón de soldadura. Previamente al proceso de soldeo, las planchas fueron sometidas a un tratamiento de homogenización a 1100°C durante 40 minutos con temple en agua para asegurar la ausencia de fases perjudiciales.

C	Mn	Cr	Ni	Mo	Cu	N
0,012	0,98	25,4	6,6	3,6	1,65	0,24

Tabla 1. Composición química del acero estudiado

A partir de un trabajo previo [13] se eligieron 4 tratamientos térmicos (550, 600, 650 y 700°C con una hora de exposición y posterior temple) como posibles PWHT, además de la condición *as welded*. La orientación de las entallas fue T-S, dado que se consideró la condición más crítica para las soldaduras. Para cada una de ellas se mecanizaron 6 probetas Charpy V para efectuar ensayos de resiliencia, colocando en 3 de ellas la entalla en el cordón de soldadura y en otras 3 en la ZAT. Para la ejecución de los ensayos de tenacidad a fractura se mecanizaron 4 probetas SENB (*Single-Edge Notched-Beam*) de sección cuadrada de 20x20 mm por cada condición, situando 2 entallas en el cordón y otras 2 en la ZAT. La ubicación de las entallas correspondientes a la ZAT fue a 0,5 mm respecto al cordón de soldadura. Las entallas para los ensayos de tenacidad fueron mecanizadas por electroerosión, siendo del tipo chevron para favorecer la obtención de un frente plano en el crecimiento de la prefisura. Las prefisuras fueron generadas en una máquina de resonancia RUMUL a frecuencias del orden de 250 Hz y con una relación de carga $R = 0,1$. Los ensayos de tenacidad fueron realizados en una cámara ambiental a 0°C, con una máquina servohidráulica INSTRON, y la apertura de

la fisura fue monitorizada por un extensómetro tipo COD (*Crack Opening Displacement*). La tenacidad fue medida mediante la técnica de CTOD (*Crack Tip Opening Displacement*) siguiendo la norma BS 7448 [14], debido a que se esperaba que la deformación plástica producida en la probeta imposibilitara la aplicación del estándar K_{Ic} . Por lo tanto, para el cálculo de la tenacidad era necesario un análisis elasto-plástico y se optó por tomar el valor del CTOD crítico, por su amplia utilización en el cálculo de tenacidades de soldaduras [15]. Posteriormente, las superficies de fractura fueron analizadas mediante microscopía electrónica de barrido, con el objeto de identificar los mecanismos de fractura.

La preparación de las muestras para las observaciones metalográficas se hizo mediante un pulido con papel abrasivo hasta papel 1200, luego electropulido con un electrolito de 95% de etanol y 5% de ácido perclórico a un voltaje de 45 V durante 10 segundos y posteriormente se continuo con un ataque electroquímico con ácido nítrico concentrado y un voltaje de 1,3 V durante 2 minutos. La observación por MET (Microscopía Electrónica de Transmisión) fue efectuada sobre el material sin soldar sometido a los distintos tratamientos térmicos. Ésta se llevo a cabo utilizando un microscopio JEOL 1200, funcionando a un potencial de aceleración de 120 kV. Las muestras se prepararon a través de un pulido mecánico hasta alcanzar espesores de 20 a 40 μm , para posteriormente conseguir el orificio central mediante un electropulido con una solución de 95% en volumen de butoxietanol y 5% de ácido perclórico a un potencial de 35 V. La identificación de los precipitados fue hecha con patrones de difracción de electrones o por su morfología y sitio de precipitación cuando eran demasiado pequeños para la obtención de patrones.

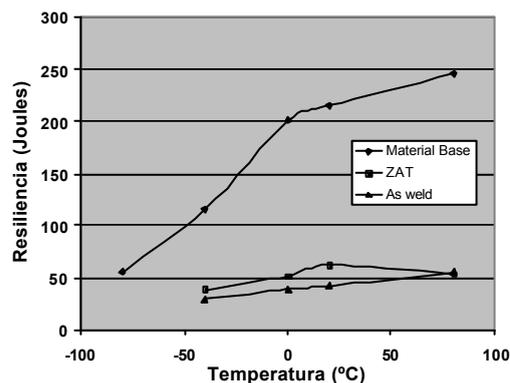


Figura 1. Curvas de transición dúctil-frágil para el material base y la soldadura.

3. RESULTADOS

En la figura 1 se pueden ver las curvas de transición dúctil-frágil del material base, cordón de soldadura y ZAT. Se observa que, aunque la temperatura de transición dúctil-frágil (TTDF) no se ve muy afectada,

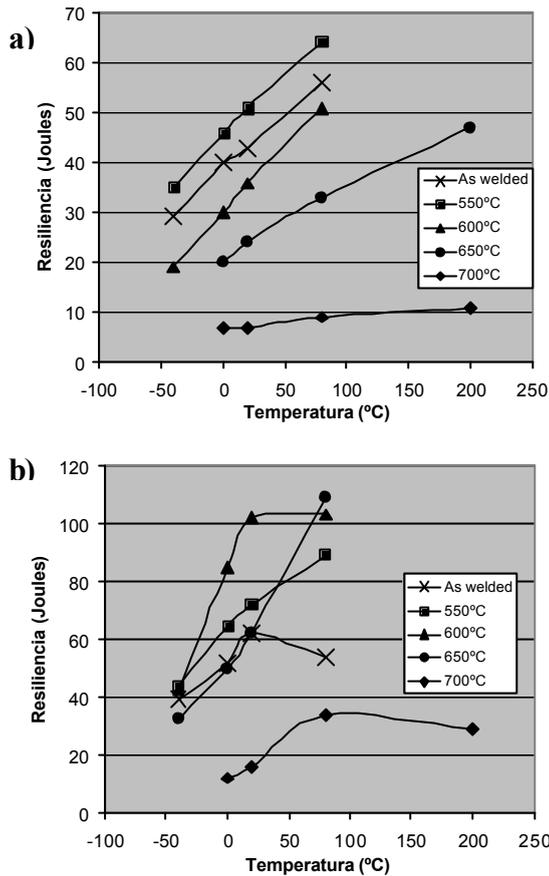


Figura 2. Efecto de los tratamientos térmicos en las curvas de transición dúctil-frágil. a) Soldadura, b) ZAT.

el nivel de tenacidad que es alcanzado en la meseta superior es muy inferior con respecto al material base, tanto para la soldadura como para la ZAT. También se puede apreciar que la tenacidad en la ZAT es ligeramente superior que en la soldadura.

En la Figura 2 se observa el efecto de los distintos PWHT en las curvas de transición dúctil-frágil. Se puede apreciar que el tratamiento a 550°C produjo un incremento en la tenacidad de la soldadura que se tradujo en una disminución de la TTDF, mientras que los otros tratamientos fueron perjudiciales. El tratamiento a 600°C produjo un leve incremento en la TTDF, el cual es más acusado a 650°C. En el caso del tratamiento a 700°C, ni siquiera a temperaturas de ensayo elevadas (i.e. 200°C) se superan los 15 J.

Por lo que respecta a la tenacidad al impacto de la ZAT, se apreció que tan solo el tratamiento térmico a 700°C resulta perjudicial, siendo el de 600°C el que ofrece una mejor respuesta. Al igual que para la condición *as welded*, se encuentra que para los PWHT la resiliencia de la ZAT es claramente superior a la resiliencia de la soldadura. Cabe destacar, que la caída de tenacidad del material base al pasar de 20°C a 80°C pudo deberse a que para esta última temperatura se observó que el frente de fractura se había desviado de la ZAT a la soldadura.

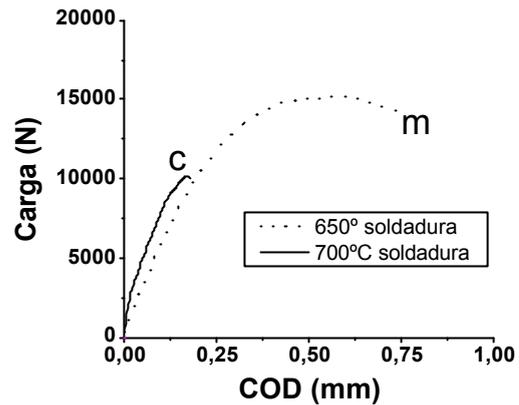


Figura 3. Ejemplo de los tipos de curva *c* y *m* encontrados en los ensayos de tenacidad a fractura.

La mayoría de los ensayos de tenacidad de fractura mostraron curvas carga vs. COD del tipo *m*, con excepción de las soldaduras sometidas al tratamiento térmico a 700°C que presentaron curvas tipo *c* (Figura 3). Las curvas tipo *m* están asociadas a ensayos en los que hay un crecimiento estable de la grieta antes de la ruptura final, existiendo una clara correspondencia entre este tipo de curva y las probetas más tenaces. Además, en estos ensayos se observó una gran deformación plástica, no llegando a producirse la rotura por completo de las probetas, sino que quedaba un gran ligamento remanente. Las curvas tipo *c*, que no presentan un crecimiento de grieta antes de la propagación inestable, estuvieron asociadas a las probetas menos tenaces. En este caso, se encontró un menor nivel de deformación plástica y la fractura se extendió por todo el ligamento de la probeta.

Los valores de tenacidad a fractura de la unión soldada presentaron la misma tendencia que los valores de resiliencia. Se puede observar que los distintos PWHT produjeron descensos en la tenacidad a medida que se elevaba la temperatura, hasta el punto que a 700°C la tenacidad es apenas el 25% de la correspondiente a la condición *as welded*. Cabe destacar que todos los valores de CTOD_c (incluyendo el del estado *as welded*) fueron inferiores a 0,10 mm, cifra que suele ser el límite recomendado en las soldaduras de estos aceros para aplicaciones estructurales [16].

En los ensayos realizados en la ZAT se puede apreciar que los PWHT a 550 y 600°C tiene un efecto positivo, obteniéndose valores superiores a los 0,15 mm. Sin embargo, el tratamiento a 650°C no mostró ninguna mejora significativa y a 700°C se encontró nuevamente una acusada fragilidad.

4. DISCUSIÓN

Los resultados de los ensayos mecánicos efectuados muestran que la elevada tenacidad del acero superdúplex estudiado se pierde en gran proporción después

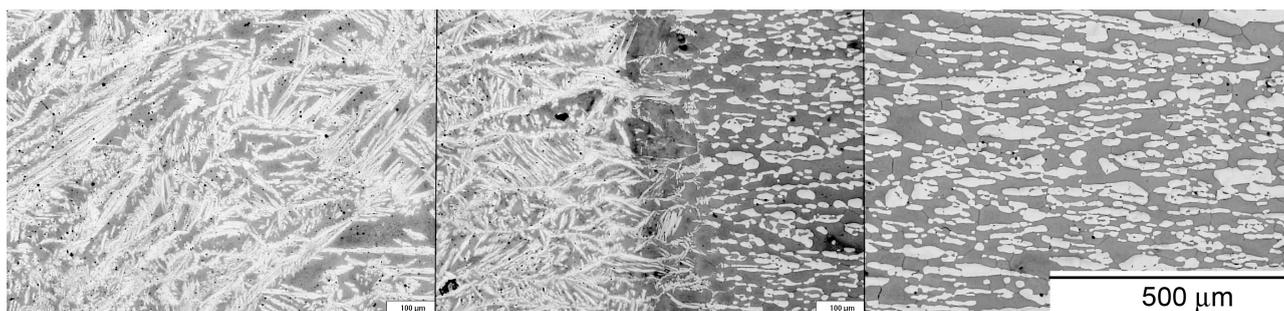


Figura 4. Montaje de micrografías de las distintas microestructuras, partiendo del cordón a la izquierda, la ZAT en el centro y el material base a la derecha.

de la operación de soldadura efectuada. Estos descensos en la tenacidad solían estar atribuidos a soldaduras que producían un elevado porcentaje de fase ferrítica [17] pero, como se puede apreciar en la Figura 4, en la soldadura analizada se encontró una mayor cantidad de austenita (59%) que de ferrita. Esto se debe a la adecuada elección del material de aporte que, al ser muy rico en níquel y nitrógeno, favorece una rápida precipitación de la austenita.

favoreció la precipitación de fases no deseadas. Para el cordón de soldadura, la influencia de los PWHT térmicos fue desfavorable en todos los casos (Figura 5a). Probablemente un factor que tuvo influencia en los bajos valores de tenacidad fue el utilizar electrodos del tipo rutílico, los cuales es conocido generan soldaduras con altos porcentajes de oxígeno [17-18].

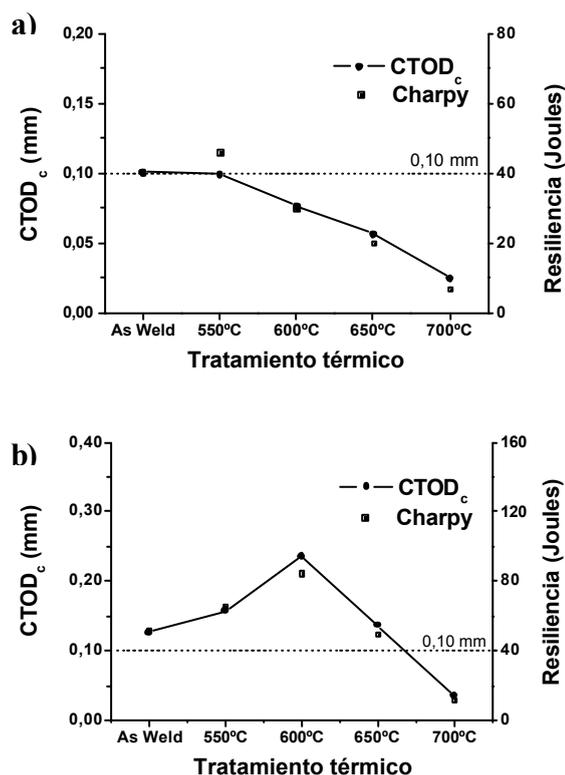


Figura 5. Influencia de los PWHT en la tenacidad de las soldaduras. a) Cordón de soldadura; b) ZAT.

Los distintos tratamientos PWHT considerados no lograron restaurar la tenacidad del material (CTOD_c = 0,6 mm). Sólo se apreció una influencia positiva en las ZAT a las temperaturas de 550 y 600°C (Figura 5b). Solamente en estos casos el efecto de alivio de tensiones residuales demostró ser efectivo y simultáneamente no

Tanto en la condición *as welded* como en los tratamientos a 550, 600 y 650°C, la fractura mostró un aspecto dúctil, pero revelando la existencia de inclusiones y de poros (Figura 6a). En las ZAT, por otro lado se observaron fracturas también dúctiles pero con presencia de grietas secundarias o delaminaciones (Figura 6b), las cuales se relacionan con la microestructura bandeada del material base. El bandeo observado estuvo claramente relacionado con la precipitación de fases indeseadas. Esto se pudo comprobar en el estudio previo [13] donde se realizaron observaciones por MET del material base luego de los tratamientos térmicos analizados en este trabajo.

Para el cordón de soldadura sometido al PWHT a 700°C se pudo observar una fractura mixta con zonas dúctiles y frágiles, quedando en evidencia la microestructura tipo Widmanstätten fruto de la solidificación (Figura 6c). Utilizando EDS (*Energy Dispersive Spectrometer*) para conocer la composición química de las dichas zonas frágiles, se detectaron altos porcentajes de cromo y molibdeno. En el estudio previo realizado [13] se identificó la precipitación de fase σ en las interfases austenita-ferrita luego del tratamiento térmico efectuado en el material base (Figura 7). Estos hechos sugieren que el motivo de la gran caída en tenacidad que se encontró para este tratamiento térmico se debe a la precipitación de la fase σ .

Otro punto llamativo es la excelente correlación lineal que se encuentra entre los valores de resiliencia y tenacidad a fractura (Figura 8). Si se realiza una regresión lineal a dicha figura se puede obtener la siguiente expresión (1):

$$CTOD_c \text{ (mm)} = 2,58 \cdot 10^{-3} \text{ Resiliencia (Joules)} \quad (1)$$

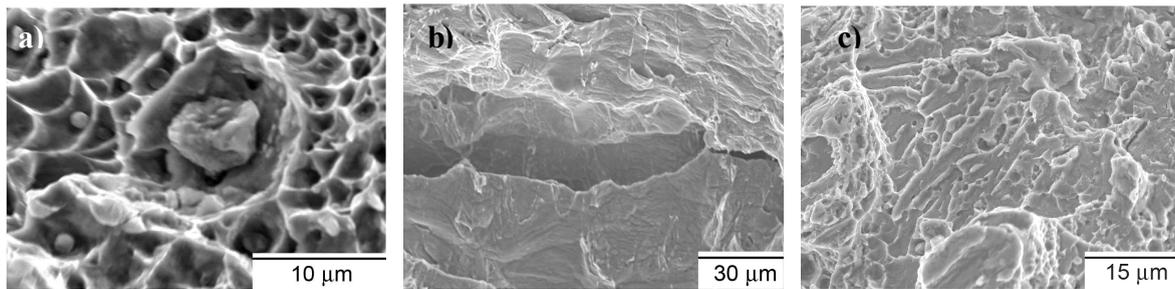


Figura 6. Superficies de fractura del material. a) Fractura dúctil presentada para la condición *as welded*; b) Delaminado en en la ZAT de la condición *as welded*; c) Zonas frágiles en el cordón para el PWHT a 700°C.

A partir de la relación (1) se podría tener una estimación del valor de $CTOD_c$, en función de un ensayo mucho más rápido y simple como es el Charpy. La tendencia lineal encontrada está en acuerdo con la relación $K_{IC}^2 = m_1 \text{Resiliencia}$ [19], teniendo en cuenta que $K_{IC} = m_2 CTOD_c^{1/2}$.

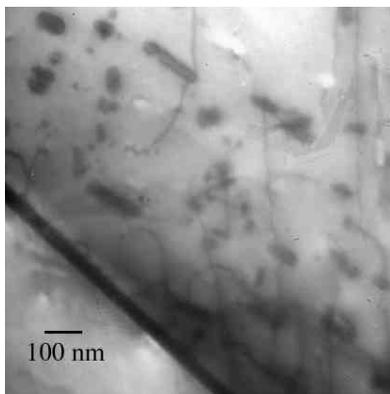


Figura 7. Micrografía obtenida por TEM en donde se aprecia la fase σ en borde grano y los Cr_2N (PWHT 700°C, 1 hora y posterior temple en agua).

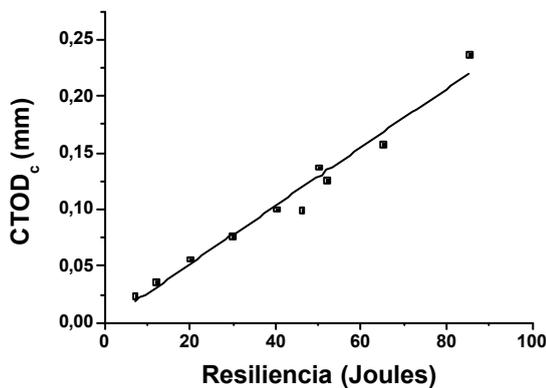


Figura 8. Correlación entre los valores de los ensayos Charpy y los de ensayos $CTOD_c$.

5. CONCLUSIONES

Las conclusiones que se extraen de este trabajo sobre el efecto de tratamientos postsoldadura en aceros inoxidables dúplex son:

- 1) Aún cuando un gran porcentaje de austenita fue obtenido en el cordón, se encontró una fuerte pérdida de tenacidad con respecto al material base.
- 2) La precipitación de fase σ producida por el PWHT a 700°C condujo a fracturas frágiles.
- 3) El efecto de alivio de tensiones fue efectivo tan sólo a 550 y 600°C en las ZAT, pero aún en estos casos conllevaron una disminución de la tenacidad de la soldadura.
- 4) Una excelente correlación lineal fue encontrada entre los valores de $CTOD_c$ y Charpy, lo que permitiría una rápida estimación de los valores de tenacidad a fractura.

AGRADECIMIENTOS

Los autores agradecen la financiación recibida a través de los proyectos UMA (Ministerio de Educación y Ciencia, MAT2003-01685) y DUPROP (European Commission, Contract 7210-PR/365).

REFERENCIAS

- [1] Park, Y.H., Lee, Z.H. "The effect of nitrogen and heat treatment on the microstructure and tensile properties of 25Cr-7Ni-1.5Mo-3W-xN duplex". Mat. Sci. Eng. 2001;A297: p 78.
- [2] Glowina, J., Kalandyk, B., Hübner K. "Delta ferrite predictions for cast duplex steels with high nitrogen content". Mat. Char 2001; p 47:149.
- [3] Liou, H., Hsieh, R., Tsai, W. "Microstructure and pitting corrosion in simulated heat-affected zones of duplex stainless steels", Mat. Chemistry and Physics 2002, 74; p 33-42.
- [4] Redjaïmia, A. "Etude morphologique et structurale des produits de decomposition de la ferrite de la ferrite delta dans un acier inoxydable austeno-

- ferritique Fe-22Cr-5Ni-3Mo-0,03C”, Tesis doctoral, Institut National Polytechnique de Lorraine, 1991.
- [5] Nilsson, J.O. “Super duplex stainless steels”. *Mat Sci Tech* 1992;8:p 685-700.
- [6] Horvath, W., Prantl, W., Stroißnigg, H., Werner, E.A. “Microhardness and microstructure of austenite and ferrite in nitrogen alloyed duplex steels between 20 and 500°C”. *Mat Sci Engng* 1998; A256:p 227-236.
- [7] Vogt, J.B., Massol, K., Focht, J. “Role of the microstructure on fatigue properties of 475°C aged duplex stainless steels”. *Int J Fat* 2002, 24:p 627-633.
- [8] Chen, T.H., Yang, J.R. “Effects of solution treatment and continuous cooling on σ -phase precipitation in a 2205 duplex stainless steel”, *Mat Sci Engng* 2001; A311:p 28-41.
- [9] Sato, Y., Kokawa H., “Preferential precipitation site of sigma phase in duplex stainless steel weld metal”, *Scripta Mater* 1999, 40 No. 6:p 659-663.
- [10] Pang, Qiu, Y., Caian, “Phase diagram and σ -phase precipitation in some stainless steels”, *Transactions of NFsoc* 1985; 5 No. 6:p 76-80.
- [11] Chen, T.H., Yang, J.R., “Microstructural characterization of simulated heat affected zone in a nitrogen-containing 2205 duplex stainless steel”, *Mat Sci Engng* 2002, A338:p 166-181.
- [12] Chen, T.H., Weng, K.L., Yang, J.R. “The effect on high-temperatures exposure on the microstructural stability and toughness property in a 2205 duplex stainless steel”. *Mat. Sci. Eng.* 2002, A338:p 259.
- [13] Otárola, T., Hollner, S., Bonnefois, B., Anglada M., Coudreuse, L., Mateo, A. “Embrittlement of a superduplex stainless steel in the range of 550-700°C”. *Eng. Fail. Ana.* 2005, Vol 12, Issue 6:p 930-941.
- [14] BS7448, “Fracture Mechanics Toughness Tests. Part 1. Method for Determination of K_{IC}, Critical CTOD and Critical J values of Metallics Materials”, British Standard Institution (1991).
- [15] Baek, J.H., Kim, Y.P., Kim, W.S., Kho, Y.T., “Fracture toughness and fatigue crack growth properties of the base metal and weld metal of a type 304 stainless steel pipeline for LNG transmission”, *Int J Press Vessels Piping* 2001, Vol 78, Issue 5:351-357
- [16] Coudreuse, L., Mecozzi, P., Ericsson, C., “Duplex stainless steels for structural applications: offshore, civil engineering, transport”, ECSC Report 7210-MA/321 1998.
- [17] Doyen, R., Niset, M., “Welding of duplex and superduplex stainless steels”, *Duplex Stainless Steels’91*, Les Editions de Physique, p. 1043-1051.
- [18] Rostek, M., “New filler metals for high alloyed duplex stainless steels”, *Duplex Stainless Steels’91*, Les Editions de Physique, p. 1075-1082.
- [19] Sailors, R.H., Corten, H.T., 1972. Relationship between material fracture toughness using fracture mechanics and transition temperature tests. *ASTM STP 514*, 164–191.

ANÁLISIS DE LA ROTURA DE UN PERNO DE SUJECCIÓN DE UN SISTEMA DE ANDAMIAJE

R. Lacalle, J.A, Álvarez y D. Ferreño

Departamento de Ciencia e Ingeniería del Terreno y de los Materiales
E.T.S de Ingenieros de Caminos, Canales y Puertos. Universidad de Cantabria
Avenida de los Castros s/n 39005 Santander

Resumen. Este trabajo pretende esclarecer las causas que condujeron a la rotura del perno de sujeción de un andamiaje. Para ello la superficie de rotura de este componente ha sido exhaustivamente analizada empleando microscopía electrónica. El material ha sido caracterizado desde un punto de vista mecánico y de fractura. Finalmente, el fallo fue analizado siguiendo las recomendaciones del procedimiento europeo para la evaluación de la integridad estructural, FITNET.

Abstract. This paper aims to clarify the causes which led to the collapse of the fastening bolt of a scaffolding. To do this, the fracture surface of this component has been exhaustively analysed by means of electronic microscopy. The material has been characterised from mechanical and fracto-mechanical points of view. Finally, the failure was analysed following the recommendations of the European structural integrity procedure FITNET.

1. INTRODUCCIÓN

En el momento en el que un operario procedía al desmontaje de un andamio, el único perno que actuaba como sujeción del módulo que el obrero se disponía a retirar falló de forma súbita, cuando únicamente soportaba el peso del propio obrero. Como consecuencia, el trabajador se precipitó al nivel de suelo desde una altura aproximada de 4 metros, resultando herido de consideración. La Fig. 1 muestra el perno en el instante de su recepción en el Laboratorio de Materiales de la Universidad de Cantabria.

Este trabajo se plantea, por lo tanto, el esclarecimiento de las causas que motivaron el fallo del componente.



Fig. 1. Perno en el momento de su recepción

2. TIPOLOGÍA DEL SISTEMA DE ANDAMIAJE

La tipología de andamiajes en que se enmarca la estructura accidentada es comúnmente empleada para

facilitar las operaciones de vertido y vibrado del hormigón del encofrado del muro al cual se adosa el andamio (Fig.2). Esta misión principal no impide que la citada estructura sea empleada también como pasarela para facilitar el tránsito entre diferentes puntos de la obra.



Fig. 2. Sistema de andamiaje

Debido a la función de auxilio a las labores de hormigonado, los procesos de montaje y desmontaje han de repetirse con elevada frecuencia, lo cual motiva que estas operaciones deban presentar la mínima complejidad posible. De esta forma, una pasarela de tabloncillos de madera reposa en módulos o consolas metálicas, equidistantes entre sí con un único perno como sujeción al encofrado adyacente, lo que facilita en gran medida su colocación y retirada. Esta disposición puede contemplarse también en la Fig.2

Por otro lado, el perno que actúa como sujeción está constituido por una barra roscada, de diámetro nominal 14,65 mm, con una cabeza soldada actuando como tope (Fig.3). Habitualmente, tras su colocación, los pernos son fijados mediante una tuerca, sin embargo, la barra fracturada carecía de la misma



Fig.3. Tipología del perno fracturado

3. CONSIDERACIONES ESTRUCTURALES

El peso del mencionado andamio, así como las cargas de servicio que soporta descansan sobre idénticas consolas metálicas espaciadas una distancia de 2 metros. Ante la actuación de una carga P en el punto más desfavorable posible para la sujeción que es el extremo más alejado del encofrado, el perno estaría sometido a un esfuerzo cortante de valor precisamente P (Fig. 4).

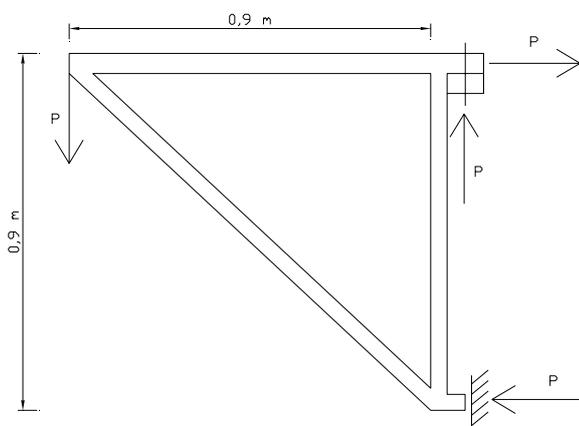


Fig. 4. Esquema estructural

Del mismo modo, para la sección de rotura, localizada concretamente en el contacto entre consola y encofrado,

el perno estaría sometido a momento flector, bajo la actuación de la mencionada carga P , igual a $30 \cdot P$ (mm-unidades de carga).

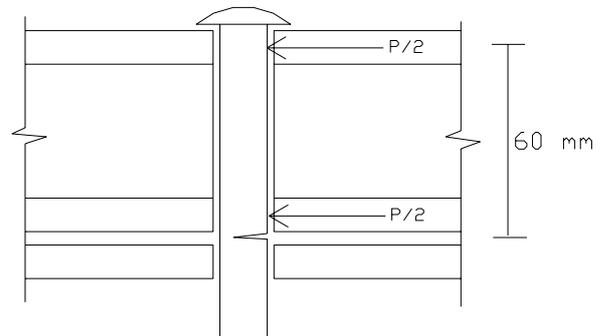


Fig. 5. Solicitaciones en el perno fisurado

4. CARACTERIZACIÓN DEL MATERIAL

Para la determinación de las propiedades mecánicas del material constituyente del perno, se llevó a cabo un ensayo de tracción sobre una probeta normalizada [1], mecanizada a partir de una de las mitades del perno fracturado. La curva tensión-deformación obtenida de este ensayo se muestra en la Fig. 6, siendo sus parámetros representativos los que se resumen en la Tabla 1.

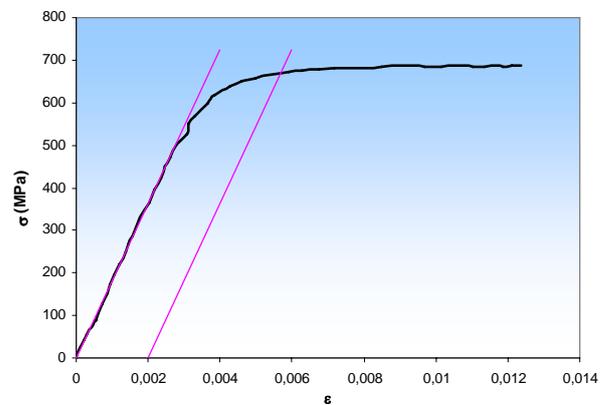


Fig.6. Curva Tensión-Deformación

Tabla 1. Parámetros representativos del ensayo tracción

Límite de proporcionalidad	550 MPa.
Límite elástico (0,2%)	670 MPa.
Tensión de rotura	689 MPa.
Módulo de Young	181000 MPa.

Se realizó también un ensayo de tenacidad sobre una probeta PCCv (Charpy prefisurada) mecanizada a partir de un perno del mismo lote que el accidentado, no obteniéndose un resultado válido para la determinación de K_{Ic} de acuerdo con [2], pero que sin embargo puede ser empleado en el análisis de una forma conservadora ya que representa una cota inferior del valor real de

tenacidad a fractura. El valor obtenido en este ensayo fue $K_{mat} = 55 \text{ MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$.

5. ESTUDIO DE LA SUPERFICIE DE ROTURA

Han sido tomadas varias macrografías de la superficie de rotura y se ha llevado a cabo un microanálisis de la misma al objeto de determinar a) la forma y tamaño de la fisura crítica que condujo a la fractura del componente y b) los mecanismos que han provocado la iniciación y propagación de la fisura y el posterior desgarro.

Las observaciones macrográficas (Fig. 7) revelan la existencia de tres zonas bien diferenciadas. Una primera zona correspondiente a una fisura inicial que se ajusta a la forma que se puede contemplar en la Fig. 7. La tipología de esta fisura, semejante a otras encontradas en trabajos previos para componentes trabajando en parecidas condiciones de carga [3-5], así como el estudio micrográfico de esta primera zona (Fig. 8), certificar, como cabía esperar, que la fisura se ha generado por efecto de la actuación de un esfuerzo cortante, sin poder descartar tampoco la posible presencia de un momento torsor.



Fig. 7. Macros de la superficie de rotura

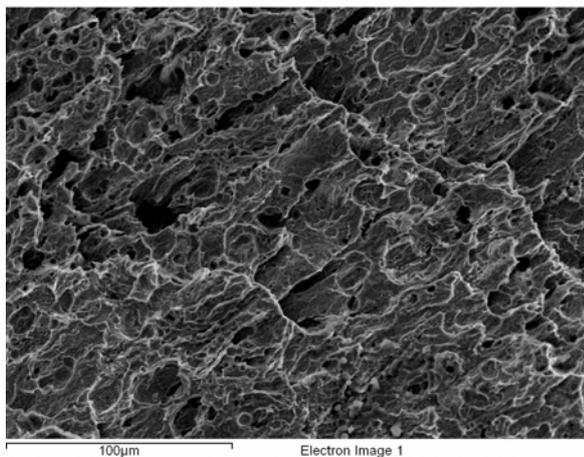


Fig.8. Micrografía zona 1

Más allá de esta fisura, (zona 2) las micrografías han detectado, entre otros mecanismos, la presencia de

clivajes (Fig.9), indicadores del fallo frágil a partir de la existencia de una fisura crítica.

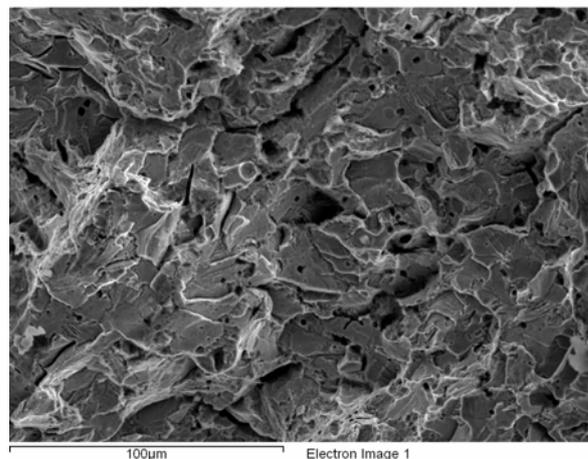


Fig.9. Micrografía zona 2

Finalmente puede diferenciarse una tercera zona correspondiente al desgarro dúctil, que provocó el fallo en última instancia. Las micrografías tomadas en esta región, como cabía esperar, desvelan la presencia de microhuecos (Fig. 10).

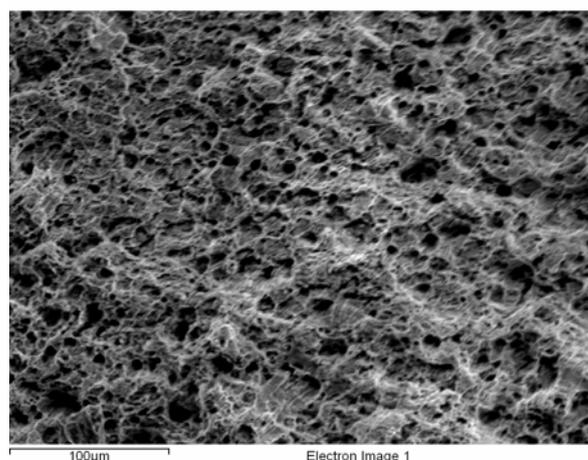


Fig 10. Micrografía zona 3

6. ANÁLISIS DE FALLO

El estudio de la superficie de rotura permite realizar algunas hipótesis sobre el proceso que condujo al fallo final del componente:

1. En un primer periodo se generó una fisura inicial, coincidente con la zona 1, debido a la actuación de cargas torsoras o cortantes. Este proceso se vio seguramente acelerado por la presencia de agentes favorables para la corrosión, tales como el agresivo ambiente de la obra y que la sección de rotura se localiza en el contacto entre consola y encofrado, que es

una zona propicia para el depósito de material corrosivo.

2. Tras alcanzar la fisura un tamaño crítico se produjo el fallo generalizado del componente estructural, avanzando rápidamente la fisura hasta alcanzar toda la zona 2, presumiblemente debido a la actuación de alguna carga de magnitud importante.
3. Finalmente tuvo lugar el accidente reseñado, en el que el componente culminó su fractura. En virtud de las observaciones realizadas sobre la superficie de rotura, y de la pequeña magnitud de la carga que causo el fallo en último término (peso del operario), se puede postular que en ese momento únicamente la zona 3 actuaba como ligamento resistente en la sección fisurada.

Con la ayuda del procedimiento europeo para la evaluación de la integridad estructural FITNET [6], se realizó un análisis conducente a determinar la magnitud de las cargas que produjeron el fallo del componente (etapa 2).

Para la realización de este estudio, la fisura inicial fue idealizada de acuerdo a la forma de la Fig. 11. Para esta geometría, el momento flector capaz de causar el colapso plástico de la sección fisurada es de 137 N·m. Recurriendo al compendio de soluciones del procedimiento FITNET, se obtiene igualmente la expresión del Factor de Intensidad de Tensiones correspondiente a la geometría idealizada de la sección fisurada. Con estos datos, junto con los extraídos de la caracterización del material, es posible analizar la fractura del componente con la ayuda de un Diagrama de Fallo (FAD), tal y como propone el mencionado procedimiento FITNET. El FAD reproducido en la Fig.12 representa la situación analizada.

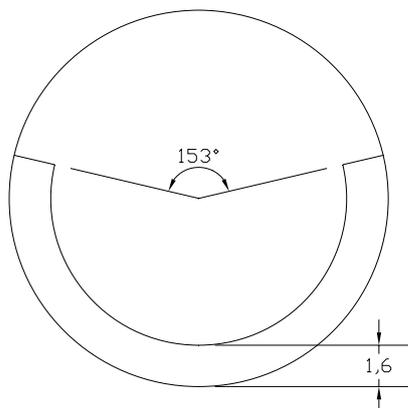


Fig. 11. Idealización de la fisura

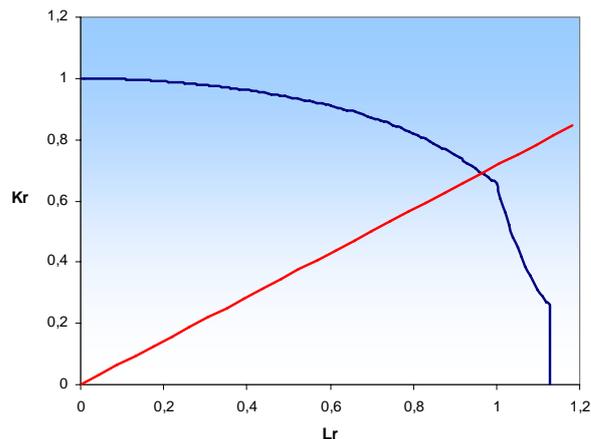


Fig. 12. FAD correspondiente al caso analizado

El punto de intersección entre la Línea de Fallo y la recta correspondiente a la evolución del componente representa la situación crítica que da paso a la rotura del perno. Esta situación viene caracterizada por unos valores de los parámetros adimensionales del FAD que son:

$$K_r = \frac{K_{Ic}}{K_{mat}} = 0,69 \tag{1}$$

$$L_r = \frac{M}{M_y} = 0,96 \tag{2}$$

A partir de estos valores es inmediato tener una estimación de la magnitud del momento flector que condujo al fallo de la estructura:

$$M_{cr} = 132 \text{ N}\cdot\text{m}$$

Teniendo en cuenta la configuración de la estructura (Fig. 4 y 5), este momento crítico pudo alcanzarse mediante diversas situaciones de carga. A modo orientativo aquí se analizan dos posibilidades: carga uniformemente distribuida por toda la pasarela y actuación de una carga concentrada.

Para la primera de las hipótesis (carga uniforme), el valor capaz de producir el fallo sería 440 kg./m². Para el caso de la actuación de una carga concentrada, se han analizado diversas ubicaciones, resumiendo los resultados en la Fig.13

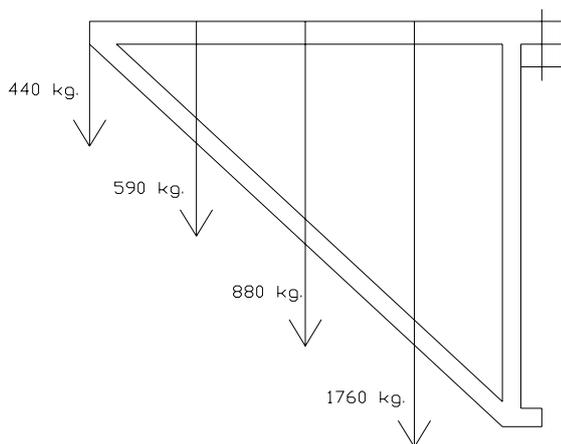


Fig.13. Análisis de la carga de rotura

Se ha analizado igualmente la carga capaz de producir el colapso plástico del ligamento remanente tras la fractura (zona 3), y, de nuevo, considerando diferentes ubicaciones para la actuación de una carga concentrada, han sido hallados, a modo orientativo, los valores capaces de producir el fallo en último término. Estos resultados se muestran en la Fig. 14, donde se pone de relieve que los valores obtenidos son del mismo orden de magnitud que el peso de una persona, confirmando las hipótesis de partida realizadas.

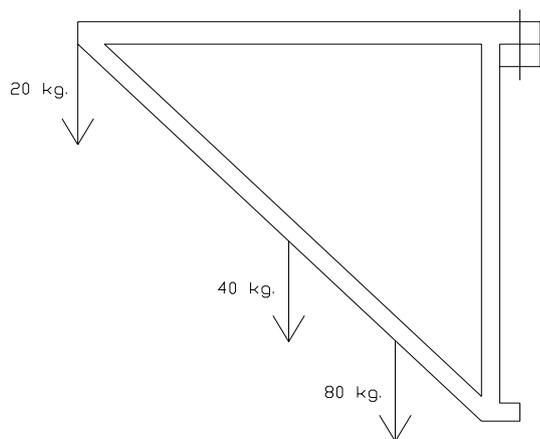


Fig.14. Análisis colapso plástico del ligamento remanente

8. CONCLUSIONES

Teniendo en cuenta los análisis llevados a cabo, la secuencia de fallo del componente puede explicarse atendiendo a la existencia de tres etapas o sucesos bien diferenciados:

- Formación de la fisura inicial. Los factores que condujeron al desarrollo de dicha grieta fueron la actuación de importantes cargas cortantes o torsoras, favorecidas por la presencia de agentes

ambientales agresivos, al ubicarse la fisura en una región de depósito de material corrosivo.

- Propagación frágil. Presentando el componente la fisura inicial anteriormente descrita, la acción de una carga de importante magnitud hizo propagar rápidamente la grieta inicial, hasta dejar al perno con un ligamento remanente de muy reducidas dimensiones. De acuerdo con los análisis practicados parece más razonable la hipótesis de que el fallo estuvo motivado por la actuación de una carga concentrada más que por efecto de una carga uniformemente distribuida dado lo improbable de que se dispusiese una carga cercana a los 500 kg/m² sobre la estructura accidentada. Esta etapa constituyó la fractura propiamente dicha del perno. Sin embargo no supuso la ruina de la estructura debido probablemente al arriostamiento que, sobre la consola con el perno dañado, realizaron las consolas adyacentes.
- Fallo final. En último término, tuvo lugar el conocido accidente, cuando un operario se colgó literalmente de la consola sujeta exclusivamente por el componente fisurado. Los análisis corroboran la hipótesis de que, en este momento, la sección resistente era un ligamento de reducidas dimensiones.

7. REFERENCIAS

[1] ASTM E8-00b, “Standard Test Methods for Tension Testing of Metallic Materials”, Annual Book of ASTM Standards, Vol 03.01.

[2] ASTM E1820-99, “Standard Test Method for Measurement of Fracture Toughness”, Annual Book of ASTM Standards, Vol 03.01.

[3] E.A Ossa, “Failure Análisis of a Civil Aircraft Landing Gear”, Engineering Failure Análisis, Article in Press.

[4] G.H. Walter, R.H. Hendrickson and R.D. Zipp, “Anomalous Fractures of Diesel Engine Bearing Cap Bolts”, Handbook of Case Histories in Failure Analysis, Vol.2, 1993.

[5] V.K. Champagne, “Failed Bolts from an Army Tank Recoil Mechanism”, Handbook of Case Histories in Failure Analysis, Vol.2, 1993.

[6] FITNET, Fitness For Service Procedure, Draft Working Document, September 2005.

FRACTURA DE CERÁMICOS Y POLÍMEROS

ESTUDIO DE LA TENACIDAD A LA FRACTURA Y LA RESISTENCIA A LA ABRASIÓN EN EL GRES PORCELÁNICO MEDIANTE TÉCNICAS DE MICROINDENTACIÓN

J. A. Cabezas Jiménez¹, J. C. Galiano Serrano¹, J. Pascual Cosp¹

¹ Dpto. Ingeniería Civil, de Materiales y Fabricación. Campus El Ejido. Escuela Técnica Superior de Ingenieros Industriales, Universidad de Málaga, Plaza de El Ejido s/n, 29013 Málaga, España.

E-mail: jpascualc@uma.es

Tfno: 952 13 20 69 / 952 13 34 85. Fax: 952 13 13 71

RESUMEN

En el presente trabajo se realiza un estudio experimental de la tenacidad a la fractura sobre dos familias de gres porcelánico pulido comercial de fabricación nacional, mediante técnicas de microindentación en régimen de saturación plástica con formación de grietas tipo Palmqvist en los vértices de la marca, y se relaciona ésta, junto con la dureza, con la resistencia a la abrasión de las mismas empleando modelos analíticos. El estudio estadístico del conjunto de datos experimentales obtenidos incluye una discusión sobre la dispersión de las medidas, sus valores medios y el ajuste a distribuciones de Weibull de las series de resultados de la tenacidad a la fractura, concluyendo que (i) el modelo de Weibull resulta adecuado para describir la tenacidad a la fractura en este tipo de materiales cerámicos y (ii) que uno de los dos tipos de gres porcelánico estudiados presenta una distribución unimodal mientras que en el otro ésta es bimodal.

ABSTRACT

An experimental study on fracture toughness is presented in two different kinds of polished Spanish porcelain stoneware tiles in this paper. Microindentation techniques were used to determine fracture toughness, with the presence of Palmqvist cracks. Analytical models with hardness and fracture toughness allowed us to know abrasive wear resistance. A statistical study has been carried out, analysing mean values and standard deviation of all the mechanical properties which were calculated. Fracture toughness was adjusted to a Weibull distribution in both types of the studied ceramics and it was possible to observe how this distribution fits well to describe and to model fracture toughness in porcelain stoneware tiles. Bimodal tendencies were observed in one of the families studied when adjusting with Weibull distribution, and their meaning have been analysed.

ÁREAS TEMÁTICAS PROPUESTAS: Fractura de Cerámicos y Polímeros

PALABRAS CLAVE: Gres Porcelánico, Tenacidad a la Fractura, Microindentación.

1. INTRODUCCIÓN

Bajo la denominación general de gres porcelánico se hace referencia al conjunto de baldosas cerámicas comerciales comprendidas en el grupo B1a (Baldosas cerámicas prensadas en seco con absorción de agua $E < 0.5\%$) y regidas por la norma ISO 13600 y UNE 67-087. Se trata de un producto vitrificado en toda su masa y muy compacto, cuya formulación en verde está constituida por feldspatos, arcillas blancas, cuarzo y caolín (como sustancias principales), prensado en seco, tradicionalmente no esmaltado y sometido a una única cocción. Los pavimentos y revestimientos de gres porcelánico presentan, como características esenciales, una porosidad extremadamente baja, que le confiere excelentes propiedades mecánicas y químicas y le impide la absorción significativa de agua. Se trata de un producto cuyas tasas de venta han experimentado en el último periodo un significativo crecimiento ocupando un nicho de mercado cada vez mayor que se cimienta sobre sus cualidades mecánicas y su atractiva apariencia estética.

La dinámica del mercado de estos materiales y la fuerte competencia internacional, obligan a una mejora constante en el comportamiento físico-químico y mecánico de este producto, así como a un incremento en la exigencia de los niveles de aseguramiento de la calidad de los mismos.

Pese a la fragilidad que presentan los productos cerámicos tradicionales, estos tienen una larga tradición como materiales para solerías y revestimientos. La mejora funcional y estética de estos productos conduce a cerámicas de última generación para usos tradicionales entre las que se encuadra el gres porcelánico.

El carácter relativamente reciente del producto y el fuerte dinamismo del sector industrial en cuanto a nuevas formulaciones y desarrollos así como a la implantación de nuevas tecnologías de procesado, tiene como consecuencia que la mayoría de los estudios realizados hasta la fecha incidan sobre estos aspectos, quedando relegado el estudio del comportamiento mecánico a la verificación del cumplimiento de los

estándares preestablecidos. En este ámbito, las técnicas de caracterización basadas en microindentación poseen una serie de características deseables como son su reducido coste de ejecución, rapidez de aplicación y la reducida cantidad de material que requieren para efectuar los ensayos, por lo que presentan una amplia aplicabilidad tanto a nivel científico como industrial. Por este motivo, se ha recurrido a este tipo de técnicas en el presente trabajo, a partir de las cuales se han determinado las propiedades de dureza, tenacidad a la fractura y resistencia al desgaste por efecto de la abrasión. Para completar el estudio y lograr conocer mejor el comportamiento de la tenacidad a la fractura en el gres porcelánico, se ha modelado para cada tipo de material considerado, la evolución de esta magnitud mediante sendas distribuciones de probabilidad de Weibull y se han analizado y discutido los diferentes comportamientos observados.

2. MATERIALES Y MÉTODOS

En el desarrollo de este estudio se emplearon muestras de gres porcelánico pulido comercial de dos fabricantes nacionales. Se denominarán a cada uno de los productos GP1 y GP2, habiéndose dispuesto de un total de 6 probetas, de dimensiones aproximadas 30x30x8 mm³, de cada uno de los géneros. Dichas muestras fueron extraídas de sendos lotes de baldosas por un proceso de selección aleatoria, y cortadas in situ con las dimensiones indicadas sobre las losas originales.

En cada probeta, se realizaron un total de 35 punciones Vickers a 1 Kgf y 10 Knoop a 100gf, 200gf y 300gf (30 indentaciones en total), atendiendo a las recomendaciones sobre la extensión óptima del campo de medidas para caracterizar cerámicas mediante ensayos de microindentación expuestas por Jianghong Gong [1].

Las coordenadas en las que se efectuaron las sucesivas microindentaciones sobre cada probeta se obtuvieron siguiendo rigurosamente los resultados originados por un algoritmo de generación aleatoria a partir de una variable de distribución de probabilidad uniforme, creado para el presente estudio. Se utilizó un microdurómetro marca Matsuzawa, modelo MXT70, con visor microscópico de 400 aumentos incorporado y medidor de distancias de 0.1 µm de sensibilidad, para efectuar las sucesivas micropunciones.

Para el cálculo de la dureza Knoop de los gres porcelánicos, se recurrió a la fórmula clásica:

$$HK = \frac{14,229 * L}{d^2}; \tag{1}$$

L [Kgf]
 d [mm]

Las microindentaciones Vickers originaron un régimen de saturación plástica bajo el penetrador, apareciendo morfologías de grieta tipo Palmqvist, [2, 3], pues el

cociente ‘c/a’, entre la longitud de la arista de la indentación más la grieta inducida y la de la longitud de la arista únicamente, en ninguna de las medidas superó el valor 2.25. Para el cálculo de la tenacidad a la fractura se ha utilizado el modelo de Evans y Davis, [4] que ha demostrado ser adecuado para materiales cerámicos:

$$K_{IC} = 0.4636 \left(\frac{P}{a^{3/2}} \right) \left(\frac{E}{H_v} \right)^{0.4} \cdot 10^F \tag{2}$$

$$F = -1.59 - 0.34B - 2.02B^2 + 11.23B^3 - 24.97B^4 + 16.32B^5$$

$$B = \log\left(\frac{c}{a}\right)$$

$$\frac{c}{a} \geq 2$$

El estudio de la resistencia a la abrasión se efectuó mediante el modelo propuesto por Hutchings [5], cuya validez para el uso en gres porcelánico ha sido demostrada por T. Cavalcante y otros, [6]. De acuerdo con este modelo, la resistencia a la abrasión puede determinarse a partir de la medida del desgaste (Q), mediante:

$$Q = k \left(\frac{W^{1.25} d^{0.5}}{A^{0.5} K_{IC}^{0.75} H^{0.5}} \right) \tag{3}$$

Donde:

- “k” es un coeficiente de ajuste dependiente del material,
- “W” es la carga aplicada,
- “A” es el área de contacto aparente,
- “d” es la longitud característica media de la partícula abrasiva,
- “K_{IC}” es la tenacidad a la fractura local medida, y
- “H” es la dureza característica del material.

En el presente trabajo se ha usado el coeficiente de abrasión relativo (CAR), [7], que se ha redefinido a partir del modelo original, para hacer depender a esta variable sólo de factores intrínsecos al material objeto de desgaste:

$$CAR = \frac{Q \cdot A^{0.5}}{W^{1.25} d^{0.5} k} = \frac{1}{K_{IC}^{0.75} H^{0.5}}, \tag{4}$$

Las diferentes expresiones empleadas para determinar la tenacidad a la fractura y la resistencia a la abrasión de las probetas requieren, ya sea directa o indirectamente, el conocimiento del valor de la relación (E/H) de los diferentes tipos de gres porcelánico estudiados; para ello, se ha hecho uso de la fórmula propuesta por Marshall, Noma y Evans [8], que demuestra que este valor puede determinarse, para materiales frágiles, mediante el análisis de la huella generada por una indentación Knoop adecuada. Según este estudio:

$$\frac{b}{a} = \frac{1}{7,11} - 0,45 \left(\frac{H}{E} \right) \quad (5)$$

Donde:

- “b” es la diagonal menor de la huella del indentador Knoop,

-“a” es la diagonal mayor de la huella de dicho indentador.

La naturaleza frágil del gres porcelánico, permite prever que el modelo estadístico de fallo por el eslabón más débil se ajustará bien a su comportamiento en lo que a tenacidad a la fractura se refiere, de ahí que se emplee el ajuste de Weibull para caracterizar la distribución de medidas de esta magnitud.

3. RESULTADOS Y DISCUSIÓN.

La obtención de los diferentes valores de propiedades mecánicas que se presentan a continuación (Tabla 1.) ha sido el resultado de aplicar directamente las expresiones ya introducidas en el apartado anterior. En el cálculo del parámetro característico del desgaste por abrasión (CAR), se han empleado dos alternativas; se ha obtenido dicho parámetro usando tanto la dureza Knoop como la dureza Vickers, con la finalidad de verificar la deformación que puede aparecer en el caso de un material heterogéneo con cristales de diferente tamaño que pueden tener distinta orientación. Los estudios ya mencionados desarrollados por Calvacante [6] sobre la validez de este modelo en gres porcelánico, emplean una medida de la dureza Vickers calculada a partir de las medidas de la huella dejada por el correspondiente microindentador en régimen de saturación plástica. En el presente trabajo, además de aceptar esta metodología, se ha optado por complementar los valores del CAR calculados según [6], que se han denominado CAR-Hv(Pq), con aquellos otros resultantes de emplear, en el modelo de abrasión de Hutchings, el valor promedio de la dureza Knoop de la probeta; a estas últimas medidas se las ha llamado CAR-Hk. Un análisis de los resultados obtenidos muestra como ambos procedimientos originan valores medios de la resistencia a la acción de la abrasión bastante similares entre sí. Sin embargo la desviación típica de las medidas es mucho menor en los resultados de CAR-Hk que en los CAR-Hv(Pq), estando este hecho motivado por haber utilizado en el cálculo de la dureza Knoop el valor medio obtenido para cada uno de las probetas ensayadas por esta técnica, en vez de tratar todo el conjunto de datos. Se considera más adecuada para conocer la resistencia a la abrasión del material la alternativa de CAR-Hk frente a la de CAR-Hv(Pq), por presentar una dispersión menor, estar la primera contenida dentro del intervalo de CAR-Hv(Pq) y parecer que se adecua mejor al mecanismo físico de la abrasión.

Los resultados relativos a los valores medios y las desviaciones características de las diferentes propiedades mecánicas de los dos tipos de gres porcelánico analizados se presentan en la siguiente tabla resumen.

<i>Familia</i>	GP1	GP2
<i>Propiedad</i>		
Hk [GPa]	4.176±0.706	4.501±0.614
K_{IC} [MPa·m^{0.5}]	1.784±0.222	1.980±0.227
CAR-Hv(Pq) [(GPa·(N/m ^{0.5}) ^{0.25})-1]	0.313±0.077	0.274±0.058
CAR-Hk [(GPa·(N/m ^{0.5}) ^{0.25})-1]	0.321±0.036	0.285±0.030

Tabla 1. Resumen de las propiedades mecánicas calculadas en los materiales sujetos a estudio.

Los valores obtenidos para las diferentes propiedades mecánicas de los gres porcelánicos estudiados son similares a los presentados por otros autores sobre diferentes variedades de este material, [5, 9-10].

A la vista de dicha tabla, se puede concluir que el gres porcelánico GP2 presenta mejores propiedades mecánicas que el GP1, ya que los valores medios de su dureza y tenacidad a la fractura son mayores, (7.8% y 11%, respectivamente). En el caso del Coeficiente de Abrasión Relativo, esta diferencia es mayor, independientemente de la alternativa de cálculo que se emplee de entre las presentadas, llegando a ser CAR(GP2) hasta un 12.5% menor que CAR(GP1), y con ello, la resistencia al desgaste por abrasión en el primero de los materiales mencionados, hasta un 14.2% mayor que en el segundo. El material GP1, además, muestra en sus magnitudes estudiadas una mayor dispersión, tanto en términos relativos como absolutos, lo que indica que se trata de un material sensiblemente menos homogéneo en la distribución de tamaño de los cristales presentes que GP2, pudiendo deberse esto a una falta de cocción del producto y/o a una insuficiente molienda de las materias primas constitutivas.

El gres porcelánico se ha usado tradicionalmente como solería y revestimientos de fachadas. Para estas aplicaciones, la dureza, la resistencia al desgaste (abrasivo y erosivo) y mínima adsorción de suciedad, son las propiedades más importantes. En la búsqueda de nuevos nichos de mercado para este tipo de productos se ha decidido extender el uso del gres porcelánico hacia nuevas aplicaciones, tales como encimeras sanitarias y de cocina, remates y otras piezas especiales. En el caso de estos usos, los esfuerzos a los que se halla sometido el material difieren sensiblemente de los que se observan en las aplicaciones tradicionales, apareciendo la flexión como uno de los dominantes. En este caso, el conocimiento y control de la tenacidad a la fractura en un material que es intrínsecamente frágil resulta fundamental para garantizar un funcionamiento satisfactorio de las piezas. Las medidas efectuadas para la tenacidad a la fractura de ambos gres porcelánicos estudiados se ajustan a distribuciones de Weibull según

confirman los test Kolmogorov-Smirnov realizados al conjunto de valores experimentales, para un intervalo de confianza del 90%. La obtención de los parámetros de ajuste de los datos a variables aleatorias de Weibull se ha efectuado mediante el método de los mínimos cuadrados.

En el caso de GP1, éste es un ajuste unimodal casi perfecto (Figura 1.), con lo que se puede asegurar que, en este tipo de gres porcelánico, el mecanismo de fallo, tanto en las muestras que poseen mayor tenacidad de fractura como en las que presentan menor, es único. La ecuación de la función de densidad de probabilidad del modelo estadístico de Weibull de GP1 es la siguiente:

$$P_{fallo}(K_{IC}) = 1 - e^{-\left(\frac{K_{IC}}{K_0}\right)^m} \quad (6)$$

siendo $m=9.3286$,
 $K_0=1.8815 \text{ MPa}\cdot\text{m}^{0.5}$

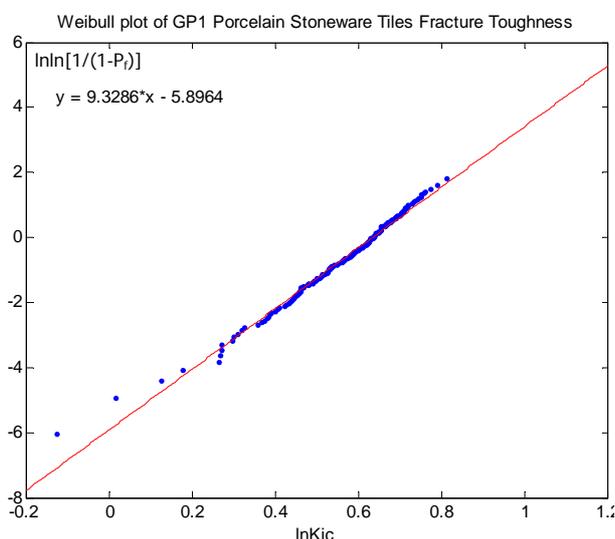


Figura 1. Gráfica de ajuste unimodal de la tenacidad a la fractura de GP1 a una distribución de Weibull.

El material GP2, por su parte, presenta un ajuste de Weibull diferente al de GP1. En este segundo caso, los valores experimentales se ajustan mayoritariamente a una distribución de Weibull cuya función de densidad de probabilidad responde al siguiente modelo:

$$P_{fallo}(K_{IC}) = 1 - e^{-\left(\frac{K_{IC}}{K_0}\right)^m} \quad (7)$$

con $m=10.882$,
 $K_0=2.0643 \text{ MPa}\cdot\text{m}^{0.5}$

Además, las muestras de GP2 con valores más elevados de la tenacidad a la fractura evidencian la existencia de otro ajuste en el espacio representado, (Figura 2.), que se hace según una recta de menor pendiente que la principal y cuya distribución de Weibull viene

determinada por la siguiente función de densidad de probabilidad.

$$P_{fallo}(K_{IC}) = 1 - e^{-\left(\frac{K_{IC}}{K_0}\right)^m} \quad (8)$$

siendo $m=7.0299$,
 $K_0=2.0184 \text{ MPa}\cdot\text{m}^{0.5}$

Esta clara manifestación bimodal evidencia que el material GP2 presenta dos mecanismos de fallo bien diferenciados que controlan la tenacidad a la fractura, permitiendo el segundo de los referidos que el material alcance mayores regímenes de carga sin fallar. Para intentar justificar este hecho se debe recurrir al estudio microestructural y composicional del material, lo que queda fuera del alcance del presente trabajo, [7, 10]. Estudios realizados por diferentes autores, demuestran que este tipo de efectos puede tener diversos motivos, desde un cambio en la morfología de propagación de la grieta de fractura bajo el indentador (transición de morfología Palmqvist a Half-Penny, [11]) hasta la acción de la porosidad subsuperficial sobre la superficial en la contención del avance de grieta, [10, 12].

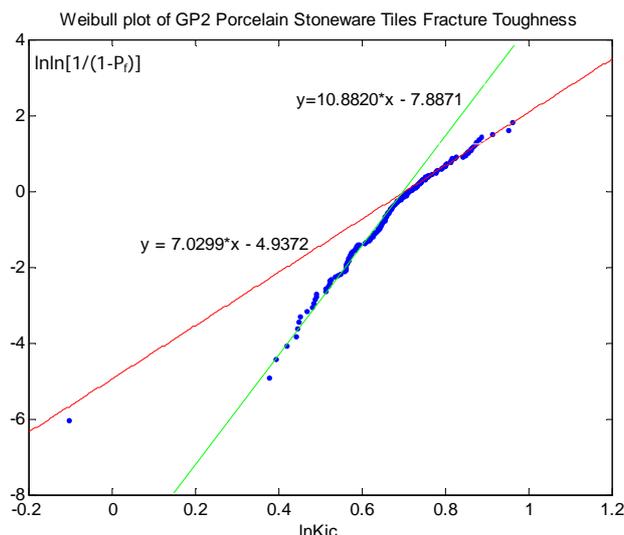


Figura 2. Gráfica de ajuste bimodal de la tenacidad a la fractura de GP2 a distribuciones de Weibull.

4. CONCLUSIONES.

1. El gres porcelánico GP1 presenta menor dureza, tenacidad a la fractura y resistencia al desgaste por abrasión que el GP2, así como mayor dispersión en las medidas experimentales realizadas.

2. La distribución de probabilidad de Weibull biparamétrica resulta apropiada para modelar y describir la propiedad ‘Tenacidad a la fractura’ en ambos materiales.

3. La tenacidad a la fractura en el gres porcelánico GP1 presenta un ajuste a Weibull unimodal muy exacto, por lo que se puede afirmar que existe un único mecanismo que controla el avance de grieta en dicho material.

4. En el gres porcelánico GP2, el ajuste de Weibull de la tenacidad a la fractura se modela mejor como la superposición de dos distribuciones, también de Weibull, lo que se manifiesta como una bimodalidad en la representación logarítmica de éste. Esta tendencia bimodal, que se manifiesta en los items con mayores K_{IC} , indica que los mecanismos que controlan el avance de grieta en GP2 son distintos dependiendo de la zona donde se induce el fallo.

5. Se considera que, para una mejor comprensión de las propiedades mecánicas obtenidas en los gres porcelánicos vistos, se debe complementar el presente estudio con otros que aborden la composición y microestructura de los materiales referidos.

AGRADECIMIENTOS

Los autores de este trabajo agradecen la financiación aportada por la CICYT a través del proyecto MAT99-1017-C03-03.

REFERENCIAS

- [1] Gong, J., "Indentation toughness of ceramics: a statistical analysis.", *Ceramics International*, 28, (2002), pag. 767-772.
- [2] Niihara, K., *Journal of Materials Science Letters*, 2, (1983), pag. 221.
- [3] Lima, M.M., Godoy, C., Avelar-Batista, J. C., Modenesi, P. J., "Toughness evaluation of HVOF WC-Co coatings using non-linear regression analysis.", *Materials Science and Engineering*, A357, (2003), pag. 337-345.
- [4] Evans, A.G. en Freiman, S. W. (Ed.), "*Fracture Mechanics Applied to Brittle Materials*." STP678, Philadelphia, PA, USA, ASTM, 1979, 112-135.
- [5] Hutchings, L.M., "*Tribology: Friction and Wear of Engineering Materials*", Edward Arnold Ed., London, (1992).
- [6] Tenorio Cavalcante, P.M., Dondi, M., Ercolani, G., et al., "The influence of microstructure on the performance of white porcelain stoneware", *Ceramics International*, 30, (2004) 953-963.
- [7] Cabezas Jiménez, J. A. "*Relación comportamiento mecánico-porosidad superficial del gres porcelánico*.", E.T.S. Ingenieros Industriales. Universidad de Málaga, 2005.
- [8] Marshall, D.B., Noma, T. & Evans, A. G. "A simple method for determining elastic-modulus-to-hardness ratios using Knoop indentation measurements", *Journal of the American Ceramics Society*, 65, (1982) C 175-176.
- [9] Esposito, L., Tucci, A., Naldi, D., "The reliability of polished porcelain stoneware tiles.", *Journal of the European Ceramics Society*, (2004), accepted May 23rd.
- [10] Cabezas Jiménez, J. A., Galiano Serrano, J. C., Carda Castelló, J. B., Gil, C., Navarro, E., Pascual Cosp, J. "Estudio comparativo de los parámetros determinantes del comportamiento químico-físico y mecánico de diferentes gres porcelánicos", *IX Congreso Mundial de Calidad Cerámica, Qualicer 2006*, Castellón, 2006.
- [11] Wang, J., Gong, J., Guan, Z., "Variation in the indentation toughness of silicon nitride", *Materials Letters*, 57, (2002), pag. 643-646.
- [12] Leonelli, C., Bondioli, F., Veronesi, P., Romagnoli, M., et al., "Enhancing the mechanical properties of porcelain stoneware tiles: a microstructural approach", *Journal of the European Ceramics Society*, 21, (2001), pag. 785-793.

INFLUENCE OF RESIDUAL STRESS ON CONE CRACK PROPAGATION IN BRITTLE MATERIALS UNDER BLUNT INDENTATION

L. Ceseracciu, M. Anglada, E. Jiménez-Piqué

Dpto. de Ciencia de Materiales e Ingeniería Metalúrgica
Universidad Politécnica de Cataluña, av. Diagonal 647, 08028-Barcelona, España
E-mail: luca.ceseracciu@upc.edu
Tfno: 934054452

RESUMEN

Es frecuente que durante servicio los materiales cerámicos avanzados fallen debido a daño por contacto. En el caso de materiales frágiles, el principal modo de daño es el desarrollo de una grieta cono. En el caso que exista una tensión residual, el factor de intensidad de tensión de esta grieta cono se verá alterado, lo que implicará un cambio en la geometría de la grieta cono (tanto el ángulo como la longitud) que afectará a la resistencia mecánica del componente. En este trabajo se estudia la relación entre tensión residual y geometría de la grieta cono, utilizando un material multicapa de alúmina / alúmina-circona que desarrolla tensiones residuales debido al desajuste entre la expansión térmica entre capas, empleando para ello cálculos por elementos finitos así como observaciones experimentales. Se modelan grietas largas con diferentes ángulos y diferentes tensiones residuales con el objeto de determinar el ángulo de propagación y la longitud de grieta en función de la tensión residual externa. Se muestra que la existencia de una tensión residual de compresión hace disminuir el ángulo, así como la longitud, de la grieta cono. La variación del ángulo y la longitud de la grieta se racionalizan para obtener una relación semi-empírica.

ABSTRACT

The cause of failure of advanced technical ceramics during service is often damage produced by contact loading. In ceramic materials, such damage has the form of a stable cone crack. The presence of residual stress influences the stress intensity factors, which translates in a change of the geometry of the cone crack (angle, crack length), which will affect the mechanical strength of the component. In this work such influence is studied for an alumina / alumina-zirconia ceramic laminated material with residual stresses due to the thermal expansion mismatch between layers, by means of experimental observations and calculations by the Finite Elements Method. Developed long cracks are modelled with different angles, and the straight-propagation angle is sought iteratively for several compressive or tensile residual stresses. In the same way, the crack length was calculated as a function of external stress. It is shown that the compressive residual stresses produce a decrease of the angle of propagation as well as a shortening the crack length. The variation of crack angle and length are rationalised and normalised to obtain a general semi-empirical law.

ÁREAS TEMÁTICAS PROPUESTAS: Fractura de Cerámicos o Polímeros.

PALABRAS CLAVE: Indentation, residual stress, laminated composites.

1. INTRODUCTION

Advanced ceramic materials can be potentially used in many technical applications due to the excellent properties of this class of materials, both in terms of chemical and thermal resistance and of mechanical and tribological properties. However, ceramics present low toughness and structural reliability, which precludes their use when those parameters are critical.

To improve these properties there are several alternatives, like phase transformations, controlled microstructures, fiber reinforcement, or laminated structures[1]. In this latter approach there are several ways to increase strength or reliability, such as weak interfaces[2], crack shielding or deviation[3], crack

bifurcation[4], or compressive residual stress[5], among others.

In the case of compressive residual stresses, they are usually generated during processing by stacking layers with different coefficients of thermal expansion (CTE). In these composites the total stress intensity factor acting on the critical flaw is reduced by the residual stresses, and consequently the strength is increased.

However, in many applications, such as load bearings implants, or cutting tools, ceramic components are subjected to localized contact loading, which is often the cause of failure or of loss of functionality, which produces a distinctive type of damage and cracking compared to remote loading.

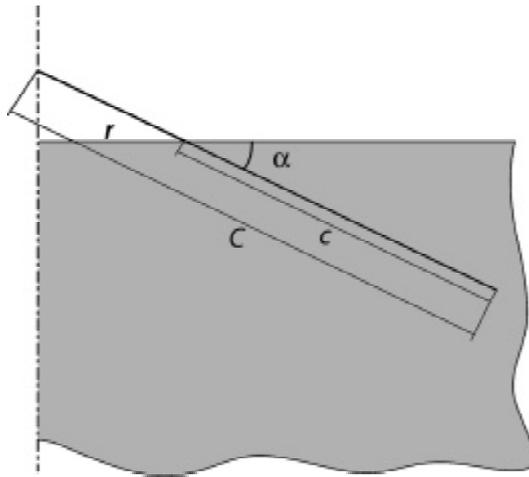


Figure 1. Scheme and critical parameters of Hertzian cone crack

Resistance to this class of loading can be effectively tested by mean of blunt (spherical or flat punch) indentation. As an example, Guiberteau *et al.* evaluated the damage accumulation in polycrystalline brittle materials by cyclic spherical indentation, highlighting that a strong surface damage can be present without major strength degradation[6].

The analysis of the contact of a blunt body is complex and produces a distinctive damage sequence[7]: First, the tensile stress in the surface nearby the contact radius r causes surface flaws to develop circumferentially in a shallow ring crack, usually around the entire circumference. Further downward propagation is abrupt, for a higher load, driven by a mixed I+II mode, which causes immediate kinking of the ring crack and growth with an almost constant angle (α) which depends mainly on the Poisson coefficient of the material[8], with the formation thus of a cone crack. Propagation ceases when the stress intensity factor equals the toughness of the material. The stress intensity factor of the cone crack (K) can be expressed, following Lawn[7], as:

$$K = c \frac{P}{C^{3/2}} \quad (1)$$

with c a geometry coefficient and C the length of the generator of a virtual entire cone, $C=c+r/\cos\alpha$, P the indentation load, c the crack length, r the contact radius and α the crack angle, as illustrated in figure 1. Another expression for K based on high-order weight functions was proposed in more recent years by Fett[9].

Predictions of the angle of propagation were derived since 1967[10], when it was proposed that cone cracks, as a first approximation, follow the direction perpendicular to the maximum positive principal stress. Despite of evidences of the approximate nature of the assumption, which gave good results with unrealistic values of coefficients of Poisson, it was only in recent years that studies of crack propagation based on the

actual evolving stress field were carried out, with excellent agreement with experimental measures in glass[8, 9, 11]. However, values of crack angles for other materials are less reliable and difficult to find in literature because polycrystalline ceramics are not usually transparent and therefore are not the preferred materials for Hertzian fracture studies.

The geometry of cone crack has a remarkable influence on the strength degradation of the material. In the hypothesis that the amount of quasi-plastic damage is negligible with respect to brittle damage, strength will depend on the stress intensity factor acting on the cone crack, therefore on the angle and length of such crack[12].

The influence of residual stress on the first step of the crack formation, that is, the formation of ring crack, was observed and rationalised by Roberts *et al.*[13], and by the authors under both static and cyclic fatigue loading, for some alumina-based laminated systems, showing a considerable improvement, consistent with the increment in apparent toughness[14].

Up to the authors' knowledge, no study has been published regarding the influence of long-range residual stress on the geometry of cone crack produced by Hertzian indentation. In this work a study by finite elements simulation is presented, and a model based on long straight cracks has been developed. Results were compared with experimental subsurface observations.

2. THEORY

In an unstressed material, cone crack produced by Hertzian indentation propagates following the direction for which $K_{II}=0$, which is the direction of maximum energy release rate. A change in the loading conditions producing a $K_{II} \neq 0$ will make the crack kink with an angle β which can be expressed, for small values of K_{II} [15], as:

$$\beta \cong -2 \frac{K_{II}}{K_I} \quad (2)$$

If homogeneous non-local residual stresses are present in the material, they produce stress intensity factors K_I, K_{II} which superposes to the ones from indentation, with consequent changes in crack length and propagation angle.

Therefore, supposing that residual stresses are biaxial and uniform, for a crack of given c and α to grow straight the residual stress should produce a mode II stress intensity factor K_{II}^r which equals the K_{II}^i from indentation:

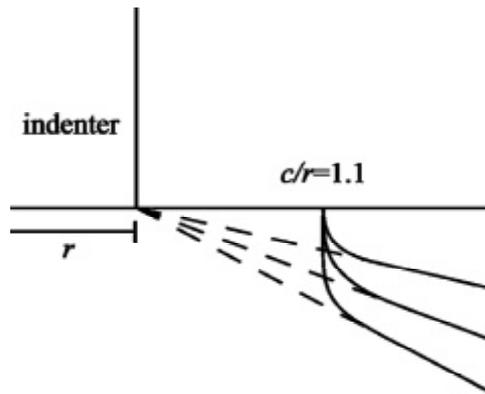


Figure 2 Scheme of the crack initiation geometry modelled

$$K_{II}^i + K_{II}^r = 0 \quad (3)$$

as a first approximation from the infinite plate case, K_{II}^r equals to:

$$K_{II}^r = Y \sin a \cos a s_r \sqrt{c} \quad (4)$$

with $Y=1.12$.

Considering for simplicity straight cracks of arbitrary given c and a , one can find the loading conditions (indentation load, residual stress) necessary for the crack to grow without kinking by solving equation (3). However, K_{II}^i in (3) refers to an hypothetical crack on an arbitrary trajectory, whose analytical solution is not straightforward and will depend on the length c , especially if one considers the complication of the presence of a crack in the complex stress field generated by indentation.

The influence on crack length can be estimated in a similar way: contributions from indentation and external stresses sum in the total mode I stress intensity factor:

$$K_I = K_I^i + K_I^r \quad (5)$$

with K_I^r positive if the external stress is tensile, that is:

$$K_I = c(a) \frac{P}{C^{3/2}} + Y \sin^2 a s_r \sqrt{c} \quad (6)$$

where the expression of K_I for the infinite plate has been used for the contribution from residual stress.

Therefore, in presence of biaxial uniform residual stress both a and c will change to a' and c' , and the equilibrium condition for K_I can be written in an approximated form as:

$$c(a') \frac{P}{C'^{3/2}} + Y s_r \sin^2 a' \sqrt{c'} = K_{Ic} \quad (7)$$

for $c \gg a$.

As a first approximation, c can be evaluated from the equation (7); however, the evaluation of the change in angle is not trivial, as well as its influence on the geometrical coefficients. Moreover, the problem is expected to become more complex in presence of a not uniform residual stress. Therefore a numerical analysis is necessary in order to provide a general approach to the problem, which takes into account both the crack variation in angle and the equilibrium length.

3. EXPERIMENTAL

1) *FEM analysis.* A flat punch instead of a sphere was chosen in order to simplify the model, since the propagation angle is similar for both geometries[8].

Flat punch indentation ($r=100 \text{ mm}$) was simulated with the commercial finite elements software ABAQUS. A rigid friction-free indenter was represented in an axisymmetric model by applying vertical displacement to the nodes corresponding to the contact area. Nodes were free to move in the horizontal direction. The element type was hexahedral quadratic.

In order to avoid the complexity of an incremental simulation, straight well-developed cracks were modelled with different angles (18-30°) and different lengths (0.25-2 times the contact radius), where the first step of the crack propagation, that is, the evolution from ring to cone crack, was not simulated. However the kink was modelled with a starting radius of 1.1 times the contact radius, chosen arbitrarily but after experimental observations as it should have no influence on the crack angle[11] for cracks of sufficient length. In absence of the ring-cone transition it was arbitrarily chosen that all cracks converge to the contact radius, as showed schematically in Figure 2. Uniform biaxial residual stress ranging from 0 to 500 MPa was applied as an external uniform pressure on the vertical side of the model.

The elastic constants of the material were those of alumina ($E=380 \text{ GPa}$, $\nu=0.26$); no plastic deformation was considered.

The stress intensity factors K_I, K_{II} were calculated in the unstressed material with the contour integral method built into the software for several combinations of angle a and length c . The kink angles b were evaluated using the $K_{II} = 0$ criterion. Biaxial compressive or tensile stress was then applied with a constant rate, and for any crack the magnitude of stress s_r was sought for which $b=0$.

2) *Experimental observations.* Experimental observations were performed on monolithic alumina and an alumina/alumina-zirconia 60/40%wt multilayer

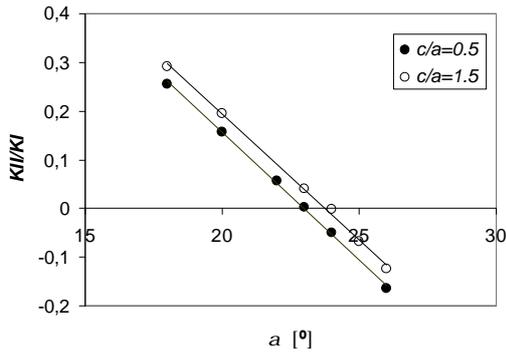


Figure 3. Mode II/I ratio stress intensity factor as a function of the angle a for two crack lengths.

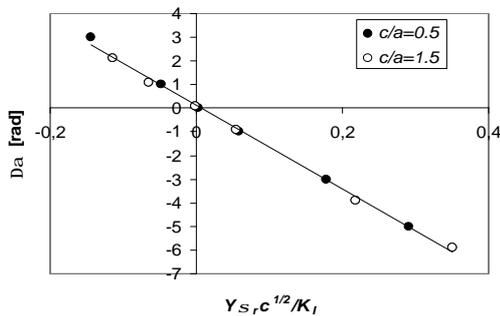


Figure 4. Diagram of the change in propagation angle in presence of uniform residual stresses. Data from calculation for two crack lengths.

produced by tape casting, in whose external layers a residual stress of approx. $s_r \cong 220 \text{ MPa}$ was measured. A further description of the processing and characterization of these materials is presented elsewhere[5]. Indentations were performed with a WC-Co 2.5 mm diameter sphere under a constant load $P=980 \text{ N}$.

In order to measure the propagation angle a and the crack length c , two different observation techniques were employed:

- 1) The indented samples were cut near the indentation and polished until the center of the cone crack, or
- 2) The indented samples were progressively ground and polished in the surface in small steps (10-30 μm), and the radius of the cone crack was measured as a function of the distance from the original surface.

4. RESULTS AND DISCUSSION

In order to find an expression for the K_{II} of arbitrary cone cracks under flat indentation, several simulations were run for different crack lengths and angles, leading, for the angles considered, to the expression

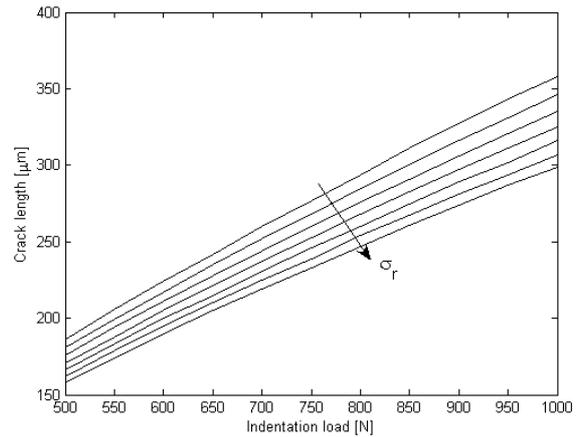


Figure 5. Influence of compressive residual stress on the final cone crack length, for $a = 23^\circ$, $r = 100 \text{ mm}$,

$$K_{Ic} = 3.5 \text{ MPa}\sqrt{m}, s_r = 0 - 360 \text{ MPa}$$

$$\frac{K_{II}}{K_I} = \frac{1}{A} (a - a_0) \tag{8}$$

with a_0 the propagation angle, A a material coefficient constant for all the tested conditions, which could be adjusted to $A=0.3353$ (Figure 3).

It can be seen that the value of a_0 in the studied case changes slightly, increasing with the crack length reaching a constant value from $c \cong 1.5r$.

In presence of long range residual stress, considering that $K_{II}^i(a_0) = 0$, from (4) and (8) we obtain:

$$\Delta a \cong A \frac{Y \sin a \cos a s_r \sqrt{c}}{K_I^r + K_I^i} \tag{9}$$

Data from simulations and the fitting curve are reported in Figure 4. It can be seen that the dependence is more complex than in the unstressed material, where the angle of propagation is a function of only the elastic constants.

The stress intensity factor for uniform stress increases with crack length, while the indentation stress decreases rapidly, therefore the propagation angle changes appreciably as crack grows.

The fracture toughness of the material also has an important role in the crack extension: propagation will occur when the total factor K_I is equal or greater than the fracture toughness of the material. Then, either considering a kinking crack or a simplified straight crack, the denominator in equation (9) has a direct influence on the change of angle.

As mentioned before, the influence of residual stress on the crack length can be split in two contributions: the stress intensity factor K_I^r adds to the one from indentation, and the change in angle influences the

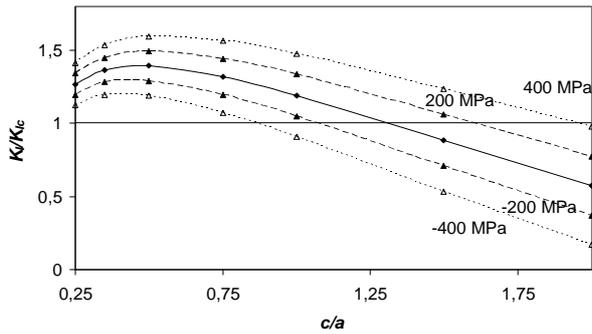


Figure 7. Estimation of the mode I stress intensity factor K_I under an indentation load $P=400$ N, in presence of residual stresses from -400 to 400 MPa.

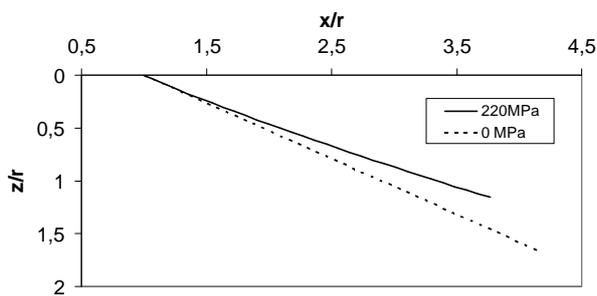


Figure 6. Numerical estimation of the crack evolution in unstressed and stressed Al_2O_3 , considering both change in angle α and in final length c , under a load $P=1000$ N, with $r=100$ mm.

geometrical coefficients c and Y in (7). It can be seen that a prediction of the final length is not trivial and the approximation of straight crack in this case is probably inaccurate due to the change in crack angle.

An approximated estimation with an iterative numerical method in the long crack-zone considering a constant propagation angle and, therefore, geometrical coefficients, was performed for the case of $\alpha = 20^\circ$, $r = 100$ mm, $K_{Ic} = 3.5 MPa\sqrt{m}$ for an indentation load P from 400 to 1000 N and residual stresses from 0 to 360 MPa. Results are reported in Figure 5

As another indicative result, the change of K_I due to residual stress in a relatively short crack, where the approximation (1) is not valid and with fixed α , is presented in Figure 7. The contribution due to indentation was therefore taken directly from simulations and the contribution from residual stress was approximated with the analytical formula.

A more accurate estimation of the evolution of a cone crack in the studied material under a load $P=1000$ N was performed with the following incremental algorithm with steps of $10 \mu m$ in crack length, in which the only approximation is in the value of the geometrical coefficient, in that the angle of propagation is taken in

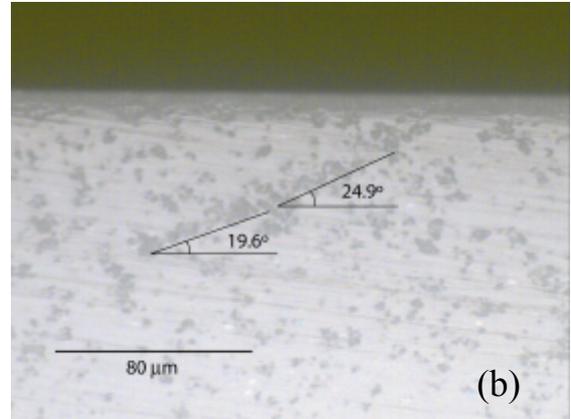
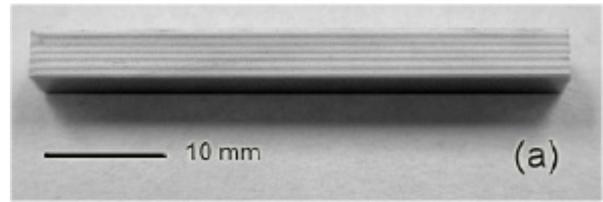


Figure 8 a) Alumina/ alumina-zirconia laminate, and b) optical micrography of the change of angle in a multilayer composite due to residual stress.

each step as the average between the current and the starting angle, thus approximating the crack as straight, but considering the evolution of the geometrical factor $Y(\alpha)$:

	Experimental	FEM
α_0	$27.7 \pm 2.6^\circ$	24°
c_0 [mm]	245 ± 30	356
$\Delta\alpha$	$7.1 \pm 1.1^\circ$	7.7°
Dc/c_0	0.86 ± 0.21	0.86

Table 1 Changes in crack geometry, experimental and numerical values.

$$\alpha_{i+1} = \alpha_0 + \frac{s_r Y \sin \frac{\alpha_0 + \alpha_i}{2} \cos \frac{\alpha_0 + \alpha_i}{2} \sqrt{c_i}}{K_{Ic}} \quad (10)$$

with $\alpha_0 = 27.7^\circ$ (from experimental values, see below), $K_{Ic} = 3.5 MPa\sqrt{m}$. The load P was calculated by reversing the equation (7), with the same considerations on the geometry coefficients. The geometry of the cracks obtained is presented in Figure 6. The total change in angle is $\Delta\alpha \approx 7.7^\circ$, the lengths ratio $c/c_0 \approx 0.86$.

Experimental observations led to the values reported in table 1 for monolithic and layered materials, together with the amounts of change in angle and length in the

laminated material. A good agreement was found in unstressed material both with values reported in literature, of approx. $\alpha \cong 26^\circ$ [16], and with the Finite Elements results ($\alpha_0 \cong 24^\circ$). The final crack length fulfils the classical expression [7].

A slight underestimation of angle is present in the FEM calculation, as well as an overestimation of the crack length, due probably to the inaccuracies on the measurement of the fracture toughness or the possible R-curve of the material; however, the changes in propagation angle and final crack length calculated by means of equations (10) and (7) agree well within the error boundary with the experimental results.

The progressive change in angle is difficult to detect by experimental observation, due to the polycrystalline microstructure of the studied material which forces the crack to propagate with a tortuous path, however a tendency to this behaviour was detected, as illustrated in Figure 8, in good agreement with the predicted values.

5. CONCLUSIONS

Contact damage produced by contact loading, a common and detrimental type of damage in advanced ceramics, was analysed by mean of a Finite Element study and experimental observations. A simple approximated model was developed for indentation cracks under the influence of indenter and uniform remote residual stresses, and was applied to laminated ceramic materials in which there is a compressive long-range residual stress in the surface layer.

The approach chosen includes some geometrical approximations which showed to be not accurate in presence of long-range residual stresses; however a numerical method, with geometrical factors extracted from Finite Elements simulations gave results in good agreement with experimentally observed. The presence of residual stresses modified the morphology of the cone crack, both in length of the crack and in its propagation angle.

ACKNOWLEDGEMENTS

Work supported in part by the European Community's Human Potential Programme under contract HPRN-CT-2002-00203, [SICMAC] and by the Spanish Ministry of Science and Education through grant MAT2005-01168.

REFERENCES

- [1] Chan, H. M. "Layered Ceramics: processing and mechanical behaviour." *Annu. Rev. Mater. Sci.* 27 (1997): 249-282
- [2] Clegg, W.J., Kendall, K., Alford, N.M., Button, T. W., and Birchall, J. D. "A simple way to make tough ceramics." *Nature* 347 (1990): 455-457
- [3] Hutchinson, J.W., and Suo, Z. "Mixed mode cracking in layered materials." *Adv. Appl. Mech.* 29 (1992): 63-191
- [4] Ho, S., Hillman, C., Lange, F.F., and Suo, Z. "Surface cracking in layers under biaxial, residual compressive stress." *J. Am. Ceram. Soc.* 78.9 (1995): 2353-2359.
- [5] Moya, J.S. "Layered Ceramics." *Adv. Mater.* 7.2 (1995): 185-189.
- [6] Guiberteau F., Padture N.P., Cai, H., Lawn, B.R. "A simple cyclic Hertzian test for measuring damage accumulation in polycrystalline ceramics." *Phil. Mag. A* 68.5 (1993): 1003-1016.
- [7] Lawn, B.R. "Indentation of ceramics with spheres: a century after Hertz." *J. Am. Ceram. Soc.* 81.8 (1998): 1977-1994.
- [8] Kocer, C., Collins, R.E. "Angle of hertzian cone cracks." *J. Am. Ceram. Soc.* 81.7 (1998): 1736-1742.
- [9] Fett, T., Rizzi, G., Diegele, E. "Weight functions for cone cracks." *Eng. Frac. Mech.* 71.16-17 (2004): 2551-2560.
- [10] Frank, F. C., Lawn, B. R. "On the theory of Hertzian fracture." (1967): 291-306.
- [11] Kocer, C. "An automated incremental finite element study on Hertzian cone crack growth." *Fin. Elem. Anal. Des.* 39 (2002): 639-660.
- [12] Lawn, B.R., Wiederhorn, S.M., Johnson, H.H. "Strength degradation of brittle surfaces: blunt indenters." *J. Am. Ceram. Soc.* 58.9-10 (1975): 428-432.
- [13] Roberts, S.G., Lawrence, C.W., Bisrat, Y., Warren, P.D., Hills, D.A. "Determination of surface residual stresses in brittle materials by hertzian indentation: theory and experiment." *J. Am. Ceram. Soc.* 82.7 (1999): 1809-1816.
- [14] Jiménez-Piqué, E., Ceseracciu, L., Chalvet, F., Anglada, M., de Portu, G. "Hertzian contact fatigue on alumina/alumina-zirconia laminated composites." *J. Eur. Ceram. Soc.* 25.15 (2005): 3393-3401.
- [15] Fett, T., Munz, D. "Kinked cracks and Richard criterion." *Int. J. Fract.* 115 (2002): 69-73
- [16] Zeng, K., Breder, K., Rowcliffe, D.J. "The Hertzian stress field and formation of cone cracks - II. Determination of fracture toughness." *Acta Metall. Mater.* 40.10 (1992): 2601-2605.

DAÑO DEL POLIPROPILENO REFORZADO CON MADERA: FRACTOGRAFIA Y DESGASTE

J. Aurrekoetxea, X. Gómez, I. Urrutibeascoa, M. Sarrionandia

Dpto. Mecánica, Mondragon Goi Eskola Politeknikoa,
Mondragon Unibertsitatea, 20500 Mondragon, España
E-mail: jaurrekoetxea@eps.mondragon.edu
Tfno: 943 73 96 71 Fax: 943 79 15 36

RESUMEN

El objetivo de este proyecto consiste en desarrollar un polipropileno reforzado con serrín de madera de pino (WPC) como alternativa a los compuestos tradicionales y a la propia madera. Para ello se ha desarrollado un compuesto con un 40% de madera tratada con silano y una matriz de polipropileno (PP) isotáctico con un 5% de PP modificado con anhídrido maleico (MAPP). El estudio fractográfico ha consistido en analizar los micromecanismos de fractura en el caso de propagación estable e inestable de la fisura. En la superficie de fractura dúctil la matriz está desgarrada debido al efecto de cavitación inducido por las fibras, además de apreciarse multitud de cavidades generadas durante la extracción de las mismas. Por el contrario, en la superficie frágil la apariencia es más lisa, sin que la presencia de las fibras tenga ningún efecto sobre el comportamiento de la matriz. Los resultados tribológicos demuestran que el coeficiente de fricción después de 600 m es parecido en la madera y en el WPC, mientras que en el PP es superior. Sin embargo, el desgaste (medido como pérdida de masa) del WPC es inferior al de la madera y el PP.

ABSTRACT

The aim of this project is to develop a pinetree-sawdust reinforced polypropylene (WPC) as an alternative to traditional composites and the wood itself. For this end, a composite with 40% of silane-treated wood and an isotactic polypropylene (PP) matrix with 5% of maleic anhydride-grafted PP (MAPP) has been developed. The fractographic study has been based on the analyses the fracture micromechanics in the case of stable and unstable propagation of the crack. In the surface of ductile fracture the matrix is torn due to the effect of cavitation induced by the fibres, as well as the appreciation of multiple cavities generated during the extraction of these. On the other hand, in the fragile surface the appearance is flatter, without the presence of the fibres having any effect on the matrix behaviour. Tribologic results show that the friction coefficient after 600 m in the WPC is similar to that of the wood, while on the PP is higher. Still, the wearing (measured as mass loss) of the WPC is smaller to that of the wood and the PP.

ÁREAS TEMÁTICAS PROPUESTAS: Fractura de Cerámicos y Polímeros.

PALABRAS CLAVE: Fractografía, desgaste, WPC.

1. INTRODUCCIÓN

Los materiales compuestos de matriz termoplástica representan una opción cada vez más común en sectores como automoción, electrodomésticos o mobiliario urbano/doméstico. El uso de un recurso natural como carga/refuerzo, en este caso la madera de pino, supone una serie de ventajas como son [1-3]: disponibilidad de materias primas, uso de materiales renovables y biodegradables, uso de desechos de otras industrias, reciclabilidad y bajo coste. Desde el punto de vista mecánico las fibras de madera poseen elevada rigidez y resistencia específica. Por último, la procesabilidad es buena y su baja dureza reduce la abrasión de los componentes de los equipos de fabricación.

En los últimos años los plásticos reforzados con madera (Wood Plastic Composites, WPC) están teniendo un auge importante, ya que sus prestaciones les hacen ser competitivos tanto frente a los plásticos reforzados con

fibra de vidrio (por propiedades mecánicas), como frente a la madera (por resistencia a la intemperie y libertad de diseño). En algunas aplicaciones, como construcción o mobiliario urbano, el comportamiento a fractura y el tribológico son claves, de ahí el interés del presente trabajo.

2. MATERIALES Y TECNICAS EXPERIMENTALES

2.1. Materiales y preparación de muestra

El WPC ha sido fabricado en una extrusora de doble husillo, la distribución de temperaturas del husillo ha sido 180-190-200 °C y la velocidad de giro de 150 rpm.

El porcentaje de fibra de madera de pino tratada con silano es del 40%, como matriz se ha utilizado un

polipropileno (PP) isotáctico con un 5% de PP modificado con anhídrido maleico (MAPP).

Con la granza de WPC obtenida en la extrusora se han inyectado probetas prismáticas de $6,35 \times 12,7 \times 127 \text{ mm}^3$.

La observación de la microestructura se ha realizado directamente sobre las superficies del WPC sin aplicar ningún tipo de tratamiento superficial conductor trabajando en condiciones de bajo vacío (10-30 Pa) en un microscopio electrónico de barrido JEOL-JSM 5600LV.

2.2. Estudio fractográfico

La geometría de ensayo es flexión en tres puntos sobre probeta entallada con geometría SENB (*Single Edge Notched Bend*), la cual se muestra en la figura 1. El mecanizado de las entallas se realizó mediante una entalladora motorizada. El ángulo de la entalla es de 45° , el radio de la punta de $0,25 \text{ mm}$ y la longitud (a) 4 mm. Antes de los ensayos las entallas se agudizaron manualmente con una cuchilla de afeitar tal como establecen los protocolos de la ESIS para los ensayos de fractura con materiales plásticos.

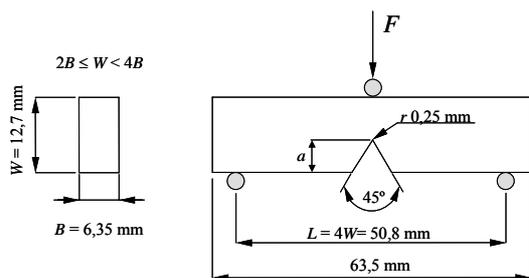


Figura. 1. Probeta SENB (*Single Edge Notched Bend*) para ensayos de fractura.

A fin de analizar los micromecanismos de fractura en función de las condiciones de trabajo se ha provocado la propagación estable ($20 \text{ }^\circ\text{C}$ y 10^{-7} s^{-1}) e inestable (nitrógeno líquido y 10^{-1} s^{-1}) de la fisura.

2.3. Ensayos tribológicos

Para cada material se han realizado ensayos tribológicos (medida de fricción y desgaste) en una configuración de block-on-ring (condiciones de deslizamiento) en un tribómetro PRIZMA. En esta configuración el bloque ($12,7 \times 10 \times 6,35 \text{ mm}^3$) es presionado con una fuerza normal de 100 N sobre un disco (acero de herramientas X210 Cr 12 templado y revenido, 64 HRC, diámetro de 80 mm, 10 mm de anchura y superficie pulida con una lija de 240) que gira a diferentes velocidades, obteniéndose velocidades lineales que van desde 0,5 m/s hasta 2 m/s.

El coeficiente de rozamiento (μ) se ha medido *in situ* durante el ensayo adquiriendo la fuerza normal y la de rozamiento. El desgaste se ha evaluado por diferencia

de peso entre las muestras iniciales y las ensayadas, para lo que se ha utilizado una microbalanza OHAUS con una precisión de 0,1 mg.

3. RESULTADOS Y DISCUSION

3.1. Microestructura del WPC

La madera tiene una estructura celular similar al nido de abeja. Es decir, es una estructura hueca. El tamaño de la estructura celular no es homogéneo en toda la sección. Otro de los aspectos relevantes es la preponderancia de las celdas longitudinales.

En lo que se refiere a la estructura de las fibras en el compuesto, además de la reducción de su longitud inducida por el procesado, cabe destacar que existen dos fenómenos: el aplastamiento de las fibras (figura 2 detalle A) y el llenado de la estructura celular de matriz (figura 2 detalle B).

La observación de las micrografías muestra que, aparentemente, las celdas de gran tamaño se rellenan, mientras que las de menor tamaño son aplastadas sin llegar a rellenarse. En el caso de las celdas de gran tamaño, es probable que el plástico fluya al interior de la fibra, de tal forma que compensa la presión en ambos lados de la pared de la estructura celular y evita el aplastamiento de la fibra. En el caso de las celdas de pequeño tamaño, sin embargo, la viscosidad de la matriz hace difícil que rellene las celdas. Por lo tanto, la presión no se compensa y aplasta la estructura.

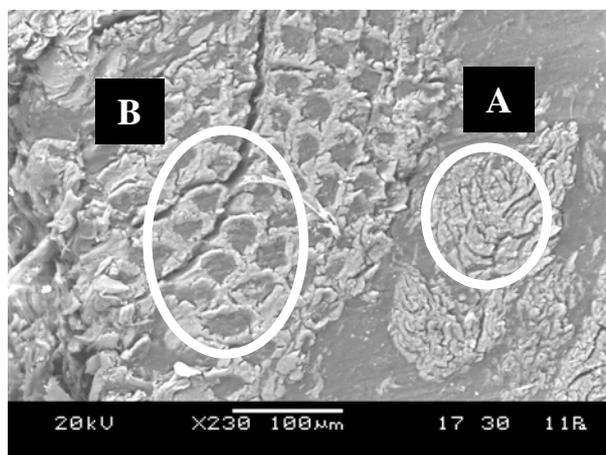


Figura. 2. Morfología de la fibra en el material compuesto en el que se observa tanto el aplastamiento de las fibras (detalle A) como el llenado de la estructura celular de la matriz (detalle B).

3.2. Estudio fractográfico

Debido a la naturaleza hidrofílica de la fibra de madera y a la hidrofóbica de la matriz, la resistencia de la interface de unión es débil [4], por lo que se ha tratado tanto la fibra como la matriz. En la figura 3 se presenta

la superficie de fractura de una fibra de madera embebida en la matriz de PP en el caso de la propagación de fisura estable, dicha foto es también representativa de la superficie obtenida al propagar la fisura de forma inestable. La adhesión parece buena en la interface externa de la fibra, ya que se aprecia un contacto íntimo entre fibra y matriz. Sin embargo, la apariencia en el interior de la fibra es diferente, por una parte la ausencia de matriz adherida a la fibra, y la ausencia de deformación plástica del PP, sugieren que en el interior la adhesión es mala. Esto puede ser debido a que durante el tratamiento de la fibra el silano no se ha introducida en el interior, lo que dificulta la adhesión del PP.

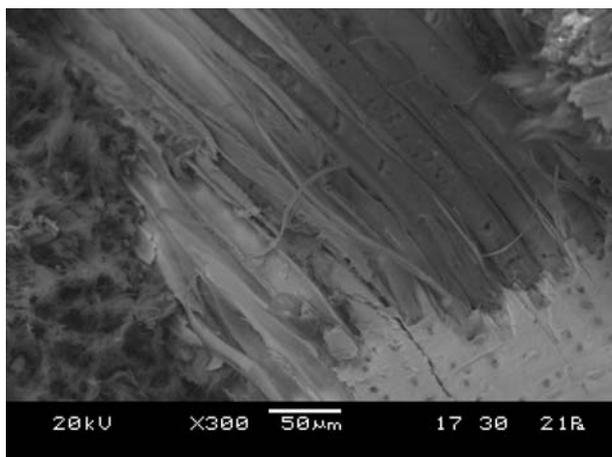


Figura 3. Superficie de fractura de las fibras de madera.

En la superficie de fractura dúctil (figura 4) la matriz está desgarrada, y se aprecian multitud de cavidades generadas durante la extracción de las fibras de madera.

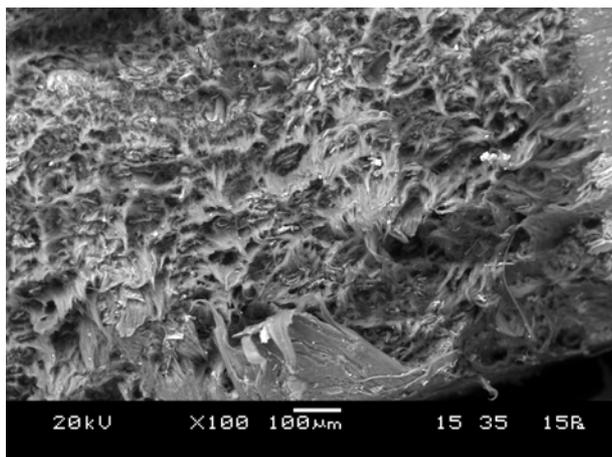


Figura 4. Superficie de fractura generada durante la propagación de fisura estable.

La rugosidad de la superficie de fractura es debida al efecto de cavitación inducido por las fibras de menor tamaño (figura 5). El mecanismo nucleante de este fenómeno es la decohesión de la interface fibra/matriz, una vez generadas estas microcavidades el estado de

tensión plana de los ligamentos resultantes y la baja velocidad de deformación hacen que la matriz se deforme plásticamente hasta romper dejando una superficie puntiaguda.

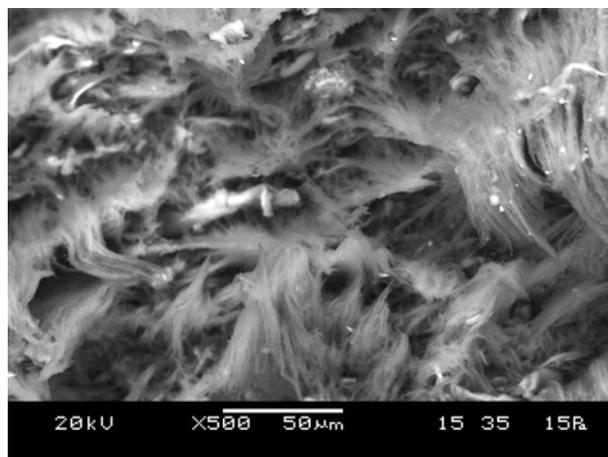


Figura 5. Detalle de la superficie de fractura dúctil.

Por el contrario, en la superficie frágil (figura 6) la apariencia es más lisa, reflejo de una deformación plástica nula. La presencia de las fibras de madera no induce ningún tipo de mecanismos de fractura en la matriz.

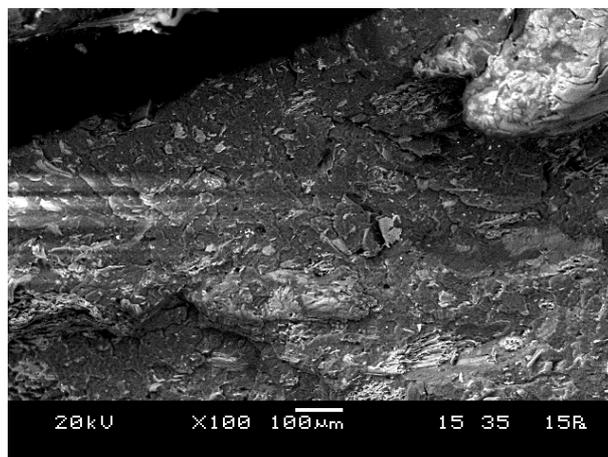


Figura 6. Superficie de fractura generada durante la propagación de fisura inestable.

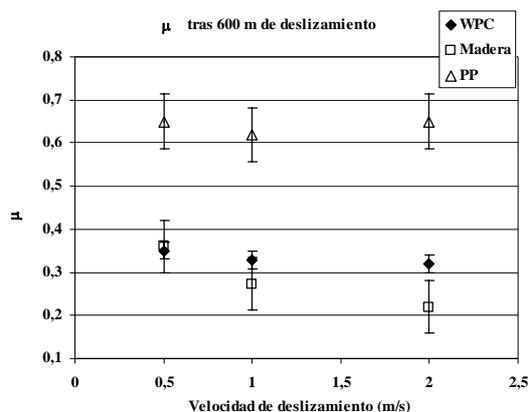
3.3. Comportamiento tribológico

Con el fin de caracterizar las diferencias entre el rozamiento producido en los pares acero/madera de pino y acero/WPC se tomó el criterio de comparar el valor del coeficiente de rozamiento obtenido al final del ensayo, es decir, tras 600 m de deslizamiento. En el caso de las probetas de PP los ensayos se tuvieron que detener para deslizamientos menores al indicado debido a que aparecían fenómenos de “stick-slip”. Por esta razón los datos que se presentan corresponden a estimaciones suponiendo que la evolución del desgaste

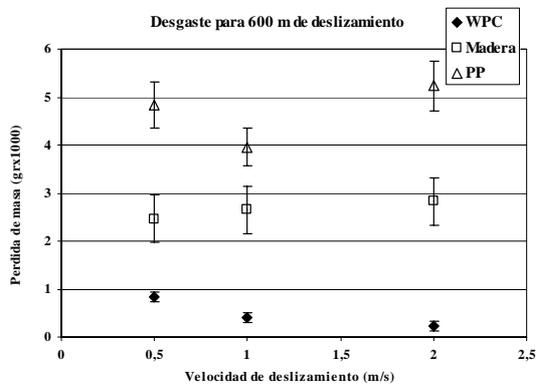
es lineal con el tiempo (velocidad de desgaste constante).

En la figura 7.a se muestra el valor medio y la desviación estándar de μ en función de la velocidad de deslizamiento (v). Como se puede observar no existen diferencias significativas entre el coeficiente de rozamiento final de la madera y WPC. Por el contrario, en el caso del PP μ es significativamente mayor.

Como se observa en la figura 7.b, la velocidad de deslizamiento no parece tener influencia sobre el desgaste producido, y en todas las condiciones ensayadas el menor desgaste corresponde al WPC y el mayor al PP.



(a)



(b)

Figura 7. Coeficiente de rozamiento (μ) y masa perdida por desgaste en función de la velocidad de deslizamiento, (a) y (b) respectivamente, para la madera, el PP y el WPC.

A fin de explicar estas diferencias de comportamiento se han analizado las superficies de desgaste mediante microscopía electrónica de barrido.

En el caso de la madera se ha observado que en la zona de contacto se produce un aplastamiento del material, la generación de microfisuras y la formación de partículas de desgaste por delaminación a partir de las mismas (figura 8).

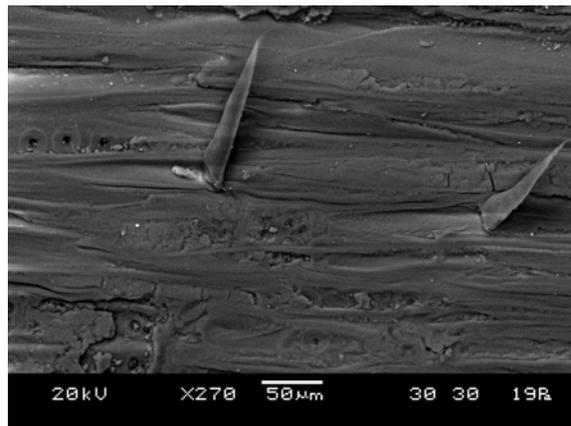
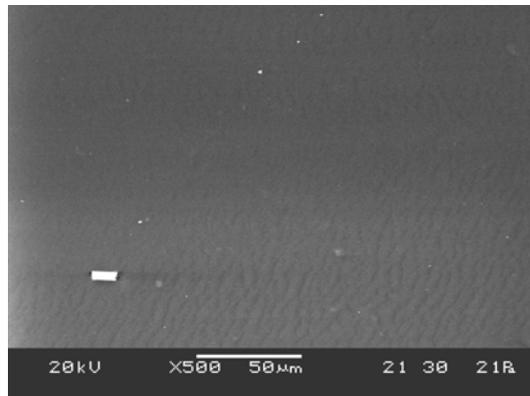
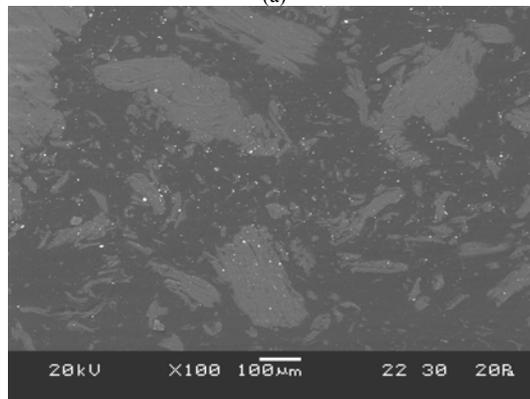


Figura 8. Imagen de la superficie de desgaste de la madera.

Para el PP y el WPC el aspecto de la superficie antes de realizar el ensayo es muy similar. Sin embargo, tras la realización del ensayo el aspecto de la superficie presenta notables diferencias. En el caso de la muestra de PP (figura 9.a) se ha observado una disminución de la rugosidad de la muestra en toda la superficie desgastada. Sin embargo, en el caso de la muestra de WPC (figura 9.b) se produce un desgaste preferente de la matriz de PP (contraste gris oscuro) de modo que afloran a la superficie las partículas de madera (contraste gris claro).



(a)



(b)

Figura 9. Imagen de la superficie de desgaste para el PP y WPC, (a) y (b) respectivamente.

En la muestra de PP aparentemente se produce una importante deformación del material en la zona de contacto con el disco de acero. Como se puede ver en la figura 10 el PP se deforma y fluye hacia la zona donde termina el contacto con el disco en la dirección del movimiento. Esta importante deformación se cree que es consecuencia del calentamiento que se produce en la zona de contacto durante el ensayo y sería el responsable del mayor coeficiente de rozamiento observado en el caso del PP. Así mismo, la formación de partículas de desgaste producidas por el desgarro de las partículas deformadas [5], puede ser la razón del mayor desgaste observado en el PP.

Por otra parte, como se ha comentado anteriormente, en el WPC a medida que se va produciendo el desgaste de la matriz de PP van aflorando las partículas de madera. A lo largo del ensayo estas partículas pasan a soportar la mayor parte de la carga reduciendo de esta manera la velocidad de desgaste de la matriz de PP. Este comportamiento ya ha sido observado anteriormente en materiales compuestos reforzados con fibra de carbono de matriz polimérica [6]. Así mismo, el menor contacto que se produce entre el disco y la matriz de PP hace que el coeficiente de rozamiento observado sea menor que el medido en los ensayos de las muestras de PP.

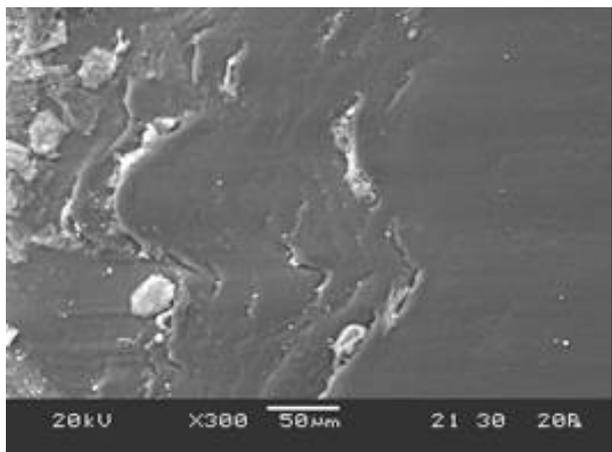


Figura. 10. Imagen de la superficie de desgaste para el PP en la zona donde termina el contacto con el disco.

4. CONCLUSIONES

En el presente trabajo se han estudiado los micromecanismos de deformación y fractura de un compuesto reforzado con fibra de madera de pino (WPC). La adhesión fibra/matriz es buena en la superficie exterior, mientras que en el interior de la fibra de madera es prácticamente nula. La presencia de la fibra parece no tener efecto sobre los micromecanismos de deformación en condiciones severas (grandes velocidades de deformación y temperaturas criogénicas), mientras que a bajas velocidades de deformación y temperatura ambiente las fibras inducen la deformación plástica de la matriz. En lo que al

comportamiento tribológico se refiere, los resultados demuestran que el coeficiente de fricción después de 600 m es parecido en la madera y en el WPC, mientras que en el PP es superior. Sin embargo, el desgaste (medido como pérdida de masa) del WPC es inferior al de la madera y el PP.

AGRADECIMIENTOS

Los autores desean agradecer a ULMA CyE la financiación de este proyecto.

REFERENCIAS

- [1] S. E. Selke e I. Wichman, *Wood fiber/polyolefin composites*, Composites: Part A, Vol. 35, pp. 321–326, 2004.
- [2] S.V. Joshi, L.T. Drzal, A.K. Mohanty y S. Arora, *Are natural fiber composites environmentally superior to glass fiber reinforced composites?*, Composites: Part A, Vol. 35, pp. 371–376, 2004.
- [3] S. C. Tjong, Y. Xu y Y. Z. Meng, *Composites Based on Maleated Polypropylene and Methyl Cellulosic Fiber: Mechanical and Thermal Properties*, J Appl Polym Sci, Vol. 72, pp. 1647–1653, 1999.
- [4] T.J. Keener, R.K. Stuart y T.K. Brown, *Maleated coupling agents for natural fibre composites*, Composites: Part A, Vol. 35, pp. 357–362, 2004.
- [5] M. Vaziri, R. T. Supr. y F. H. Stott, *An investigation of the wear of polymeric materials*, Wear. Vol, 122, nº 3, pp. 329-342, 1988.
- [6] J. K. Lancaster, *The effect of carbon fibre reinforcement on the friction and wear of polymers*, J. Phys. D: Appl. Phys. Vol. 1, pp. 549-559, 1968.

EFFECTO DE LA HISTORIA TERMOMECAÁNICA SOBRE EL COMPORTAMIENTO A FRACTURA DE UN COPOLÍMERO EVOH

O.O. Santana*, M. Ponçot, A. Gordillo, J. Gámez-Pérez, M. Ll. Maspoch

Centre Català del Plàstic – Universitat Politècnica de Catalunya
c/ Colom, 114. 08222 Terrassa (España)
E-mail: orlando.santana@upc.edu

RESUMEN

Mediante el análisis del *Trabajo Esencial de Fractura* se ha estudiado el efecto del número de procesamientos sobre el comportamiento a fractura de películas de copolímero Etileno-Vinil Alcohol (EVOH) con bajo contenido en etileno (32 % mol) en condiciones de equilibrio ambiental (85 % HR). Se aprecia un incremento de la tenacidad global del sistema conforme aumenta la historia termomecánica. De acuerdo con las evidencias obtenidas mediante DSC y MFI, este efecto puede ser consecuencia de posibles reacciones de extensión de cadenas que se presentarían en las fracciones de cadenas de composición química fuera del promedio global del copolímero (bajos contenidos relativo de secuencias de etileno, y generalmente más cortas). Esto conllevaría a un aumento en la densidad de enredos moleculares (moléculas enlazantes), sin alteración sustancial de la cristalinidad, que promoverían una mejora en la transmisión de tensiones entre las fases cristalinas y amorfas del sistema.

ABSTRACT

Applying the *Essential Work of Fracture* analysis, it has been studied the effect of the number of extrusion steps on the fracture behaviour of a low Ethylene content –Vinyl Alcohol copolymer (EVOH, 32 % mol) equilibrated at 85 % RH. Results indicated a global toughness increase with thermomechanical history. According to DSC and MFI analysis, this increase could be as a consequence of chain extension reactions on those fractions where a chemical composition heterogeneity, i.e. different from the average composition, and associated to short chains. This situation could promote an increase on the network entanglements and “tie molecules”, without substantial changes on the crystallinity, increasing the effectiveness in stress transfer between crystalline and amorphous phases.

ÁREAS TEMÁTICAS PROPUESTAS: Fractura de Cerámicos y Polímeros.

PALABRAS CLAVE: Trabajo Esencial de Fractura, Copolímero EVOH, Fractura de polímeros.

1. INTRODUCCIÓN

Los copolímeros al azar de Etileno-Vinil Alcohol (EVOH) son una gama de materiales semicristalinos que ofrecen una elevada propiedad barrera frente a gases, lo que ha determinado su amplia aplicación en la industria del envase y embalaje de alimentos. Esta característica viene dictada por la habilidad de “autoasociación” molecular que presenta como consecuencia de la formación de puentes de hidrógeno inter e intra molecular [1] Dicha propiedad decae drásticamente en ambientes de alta humedad relativa como consecuencia de su carácter altamente higroscópico, ya que las moléculas de agua absorbidas interfieren en la formación de estos puentes incrementando el volumen libre del sistema y disminuyendo asimismo la integridad mecánica del mismo (efecto plastificante) [1,2]

Para mitigar esta pérdida de propiedades barrera y mecánica se ha propuesto la adición de nanoarcillas en contenidos inferiores al 3 % en peso [3]. No obstante, la incorporación de las nanopartículas dentro de la matriz polimérica con una correcta distribución/dispersión

conlleva ciertas dificultades tecnológicas en los equipos de uso común para el “compounding” (extrusoras doble-husillo) previo a la obtención del producto final, dadas las bajas cantidades de dosificación que se requieren y la alta sensibilidad a la termodegradación que presenta el EVOH.

El proceso de preparación de estos nanocompuestos a escala de planta piloto puede llegar a contemplar 3 etapas de procesamiento: a) preparación de un concentrado, b) homogeneización del concentrado y c) disolución final hasta alcanzar la concentración de nanopartículas deseada. Si bien, entre cada etapa, se toma la precaución de llevar a cabo un secado exhaustivo, la existencia de agua de coordinación, aunado a la cizalla y temperatura aplicadas pueden favorecer la termodegradación en cada una de las etapas anteriormente citadas.

El presente trabajo pretende evaluar el efecto que puede llegar a tener esta historia termomecánica (número de pases por la extrusora) sobre el comportamiento mecánico y a fractura de un copolímero EVOH con bajo contenido en etileno.

2. PARTE EXPERIMENTAL

Se ha empleado un copolímero EVOH con un contenido nominal de etileno del 32 % mol (*Soarnol DC3203F*, Nippon Goshei, Ltd.) y un índice de fluidez gravimétrico, MFI (210°C/2,16 kg) de 3,2 dg/min.

En una primera fase, la materia prima se hizo pasar hasta 3 veces a través de una *extrusora doble-husillo COLLIN Knetter 25x24D* corrotante ($L/D = 36$) a una temperatura máxima de perfil de 210°C y 100 rpm de velocidad de rotación de husillos.

Partiendo de la granza sin procesar (NP) y de la obtenida de cada una de estos pases, se han fabricado películas con un espesor promedio de 300µm mediante *extrusión calandra* en un equipo COLLIN TEACH-LINE E 20 T, a una temperatura máxima de extrusión de 230°C y 34 rpm de velocidad de rotación de husillo. Los rodillos de calandrado fueron atemperados a 50°C, mantenidos a una velocidad de rotación de 50 rpm, y aplicando una presión en los rodillos iniciales de calandra de 7 bar. Las películas obtenidas fueron codificadas de acuerdo al material de origen: NP, #X, siendo # el número de pase en esta fase (1, 2 ó 3).

Previo a cada una de las etapas de extrusión, se realizó un secado en tolva deshumificadora con -40°C de punto de rocío a una temperatura de 110°C durante 2 horas.

2.1. Caracterización físico-química preliminar

A la granza procesada en la fase 1, se le determinó el *índice de fluidez (MFI)* según norma ISO 1133 a una temperatura de 210°C y una carga de 2.16 kg.

Tras encapsular en aluminio 10 mg de muestra, se evaluó el comportamiento térmico del material resultante de cada una de las etapas de procesamiento mediante *Calorimetría Diferencial de Barrido (DSC)*. Para ello se procedió a un barrido dinámico a 10°C/min tanto de enfriamiento (previo borrado de historia térmica) como calentamiento bajo una atmósfera inerte de nitrógeno.

2.2. Caracterización mecánica a tracción

Los ensayos de tracción fueron ejecutados en una máquina de ensayos universales GALDABINI *Sun2500* a una temperatura de 23°C, 85 % de humedad relativa (ambiental) y una velocidad de separación de mordazas de 10 mm/min. A partir de los gráficos tensión-deformación ingenieril se determinaron los parámetros mecánicos típicos: Módulo Elástico (E), Tensión a la cedencia (σ_y), elongación a la cedencia (ϵ_y).

Las probetas empleadas (halterio Tipo IV según norma ASTM D638) fueron troqueladas a partir de la zona central de las películas en la dirección de flujo de extrusión (MD).

Debido a la alta fragilidad que presenta este tipo material, y para evitar la incorporación de defectos

durante la etapa de troquelado, las películas fueron saturadas en agua durante 96 horas previo al cortado. Una vez troqueladas, las probetas fueron sometidas a un secado a 60°C durante 15 horas y ensayadas inmediatamente tras la extracción del horno.

2.3. Caracterización del comportamiento fractura

Siguiendo el protocolo de la ESIS [4], se empleó el análisis del Trabajo Esencial de Fractura. En este caso se emplearon probetas tipo DDENT (doblemente entalladas y solicitadas a tracción) de 60 x 90 mm², con longitudes de ligamentos (L) comprendidas entre 5 y 25 mm, abracando un total de 20 muestras por sistema. Las probetas fueron preparadas sin tratamiento de saturación en agua y considerando que el sentido de propagación de grieta (PG) fuese en el sentido perpendicular al flujo de extrusión (TD), con lo que la sollicitación se realizaba en dirección MD. El ajuste final de la entalla se realizó deslizando una hoja de afeitar (radio de curvatura 3 µm), con ayuda de un microscopio óptico de reflexión.

Los ensayos fueron realizados en la misma máquina de ensayos universales y condiciones ambientales anteriormente citadas, a una velocidad de ensayo de 10 mm/min y una distancia inicial entre mordazas de 60 mm.

Finalizados los ensayos, fueron determinadas las dimensiones reales de longitud de ligamento así como la altura de la zona plástica generada, caracterizada por un emblaquecimiento de la zona en forma elíptica. Para ello, fue empleado un medidor de perfiles con una magnificación de 10X, dotado con una plataforma digital de medida con una apreciación de 0,001 mm.

Tras realizar las verificaciones de [4]: a) similitud de forma entre las curvas Carga-desplazamiento de los ensayos para un mismo sistema y en el rango de ligamentos en estudio, b) condición de colapso plástico en condiciones de estado de tensiones uniformes y de tensión plana, y c) linealidad de las representaciones de Trabajo específico de fractura (W_f) vs. L , se determinaron los parámetros energéticos esenciales y no esenciales.

3. RESULTADOS Y DISCUSIONES

3.1. Caracterización físico-química preliminar

Para entender el efecto que pueda tener la historia termomecánica impartida por el procesamiento sobre el comportamiento mecánico final de los sistemas en estudio, dos aspectos esenciales se deben tener en cuenta. El primero de ellos es referente a la arquitectura molecular que el EVOH presenta y que viene dictado por el método de síntesis empleado. En general, estos copolímeros se obtienen a partir de la saponificación del Etileno-Vinil Acetato, con una arquitectura molecular de tipo de tipo ramificada, similar a la del Polietileno de Baja Densidad (LDPE) [5].

El segundo aspecto se centra en la naturaleza altamente cristalina que presenta independientemente de la proporción de Etileno en su composición. Se ha llegado a establecer que para altos contenidos de Vinil alcohol (VOH), las secuencias de etileno se ubican como defectos puntuales dentro de la red cristalina principal, usualmente ortorrómbica si el enfriamiento es lento y tendiendo a monoclinica si este es rápido [6,7]. Esto conlleva a que durante un calentamiento controlado y relativamente lento (10°C/min) como el aplicado en un DSC se pueda presentar una transformación o “recocido” “in situ” hacia la forma cristalina más compacta (ortorrómbica) [7]. Es por ello que para la estimación del grado de cristalinidad (X_c) mediante esta técnica se haya empleado como referencia la entalpía de fusión de un PVOH: 157,8 J/g [7].

La figura 1 muestra los termogramas de calentamiento (tras enfriamiento controlado) de la granza obtenida en cada uno de los pases por la fase 1 de extrusión. Se aprecia que prácticamente la temperatura fusión (T_m) no presenta modificación, e inclusive, considerando las limitaciones que ofrece la técnica para estas determinaciones, la máxima cristalinidad (X_c) que es capaz de generar en estas condiciones de enfriamiento se mantiene invariable (Tabla 1). Llama la atención el desplazamiento hacia mayores temperaturas del hombro ubicado alrededor de 150°C y que suele estar relacionada con las fracciones de baja masa molecular que suelen presentar un mayor contenido relativo de secuencias en cómero [8].

A la vista de los resultados podría plantearse que durante la etapa de extrusión, y por efecto de la historia termomecánica, se estarían presentando ciertas reacciones que inducen a una “regularización” de estas fracciones, por lo que los cristales que se generan presenta una mayor eficiencia de empaquetamiento cristalino.

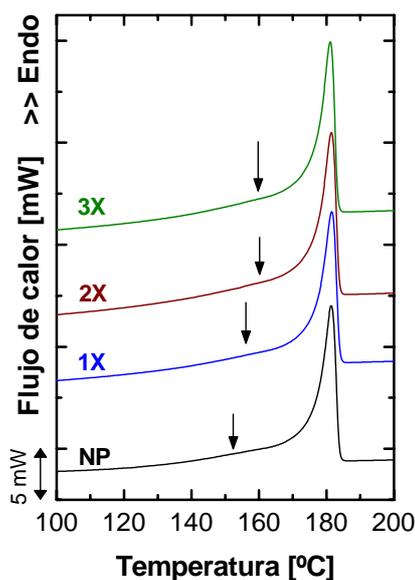


Figura 1. Termograma de calentamiento de la granza tras los pases por extrusión de la fase 1.

Tabla 1. Temperaturas de transiciones principales, cristalinidad obtenida (X_c) e Índice de Fluidez, MFI.

	T_g (°C)	T_m (°C)	X_c (% w/w)	MFI (dg/min)
<i>Granza</i>				
NP	61,2	180,2	55	3,21 ± 0,09
1X	60,6	180,5	54	3,0 ± 0,1
2X	60,6	180,6	56	2,8 ± 0,1
3X	60,1	180,5	56	2,5 ± 0,2
<i>Película</i>				
NP	60,8	179,5	65*/63	---
1X	60,8	179,8	63*/59	---
2X	60,5	180,0	62*/58	---
3X	61,2	180,6	59*/53	---

* cristalinidad estimada a partir de la entalpía de fusión del primer calentamiento.

Todo ello sin obviar que dichas reacciones también puedan presentarse aunque con menor frecuencia o efecto global, en las fracciones de mayor masa molecular, con una posible pérdida de población de cristales con mayor perfección.

Estas reacciones son factibles si se considera que por lo general, la saponificación del EVA no suele llevarse hasta el 100% de conversión, con lo que el material puede presentar grupos acetatos residuales, altamente reactivos [6]. Un estudio más detallado aplicando la técnica calorimétrica de fraccionamiento térmico de “Autonucleación y Recocidos sucesivos” ha reforzado la hipótesis de dichas modificaciones estructurales [9].

Conforme aumenta el número de pases de extrusión en la fase 1, la fluidez del sistema registrar una caída apreciable, según se evidencia por el aumento de hasta un 22% en el índice de fluidez (MFI) (Tabla 1). Dicha situación pone de manifiesto un posible aumento de la masa molecular o disminución de la distribución de masas moleculares, es decir, extensión de cadenas de menor longitud. Dichas reacciones, sobre todo con el sistema 3X, pueden llegar a generar cierto nivel de entrecruzamientos en etapas posteriores de conformado (calandrado de películas), y que pueden presentarse dada la arquitectura molecular ramificada que presenta similar a lo observado en polietilenos con alto grado de ramificación. [10]. Evidencias de este efecto de entrecruzamiento fueron obtenidas tras la inspección visual de las películas provenientes de esta granza, donde se observó la aparición de partículas “infundidas”.

3.2. Caracterización mecánica a tracción

Todos los sistemas evaluados presentaron una curva tensión-deformación ingenieril característica de materiales poliméricos dúctiles sin marcada estricción tras llegar a la cedencia, aplicándose en este caso el análisis de Considère. Las tendencias registradas en los parámetros de Módulo Elástico (E) y Tensión a la cedencia (σ_y) (Figura 2), revelan un incremento moderado en ambos a partir del segundo pase por extrusión en la fase 1, mostrando un incremento de hasta

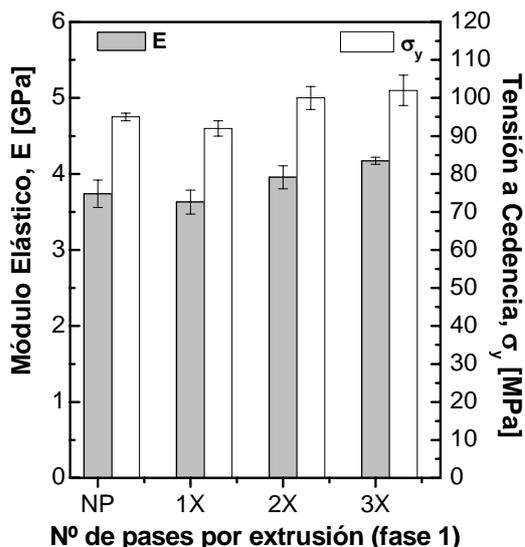


Figura 2. Variación de E y σ_y en función del número de procesamientos de la materia prima.

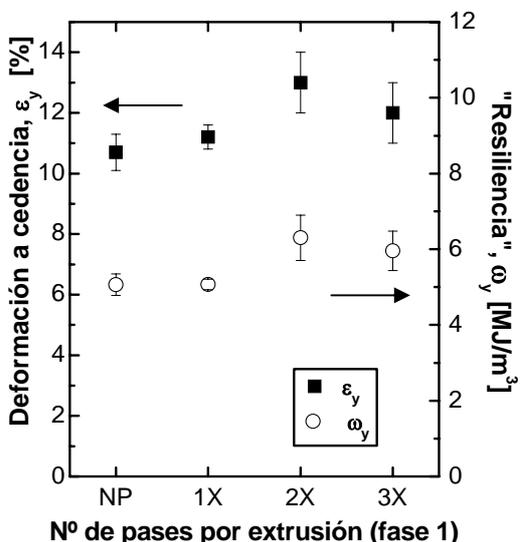


Figura 3. Variación de ϵ_y y ω_y en función del número de procesamientos de la materia prima.

12 % para E y 8% para σ_y en el caso de las películas 3X.

Estas variaciones ponen de manifiesto una disminución de la movilidad del sistema conforme aumenta la historia termomecánica a que es sometida la materia prima, quizás como consecuencia directa de un aumento en la densidad de enredos moleculares producto de las posibles reacciones de extensión de cadena.

Considerando que la condición de colapso plástico está determinada por el balance entre la rigidez de la estructura y la tensión de colapso, este aumento en el número de enredos moleculares puede traer como consecuencia que para alcanzar esta situación los niveles de deformación aumenten, efecto observado en la variación que presenta la deformación unitaria a la que se registra la tensión a la cedencia (Figura 3).

3.3. Trabajo Específico de Fractura

Analizando las curvas típicas de Tensión-desplazamiento (σ - δ) obtenidas, se pudo apreciar que los sistemas NP y 1X registran una caída bastante marcada de la tensión una vez alcanzado su valor máximo. Este hecho suele ser indicativo de que la propagación de grieta se ha iniciado una vez alcanzado el colapso plástico de todo el ligamento [11].

En el caso de los sistemas 2X y 3X, además de no presentar dicha caída, los niveles de tensiones máximas alcanzadas son superiores (figura 5). Este tipo de registros σ - δ se suele presentar en sistemas donde la grieta inicia su propagación previo al colapso total del ligamento. Esta situación es de esperarse si se consideran los mayores valores de σ_y obtenidos, lo que hace que el estado de sollicitación local al momento de alcanzar la cedencia la zona adyacente al vértice de la pre-grieta sea tan elevada que pueda iniciarse su propagación sin haber llegado al colapso la zona remota a la misma [12].

Un aspecto interesante que cabe resaltar, es que a medida que la historia termomecánica del material era mayor, el rango de L válido para el análisis disminuye como consecuencia de la ruptura prematura del ligamento (figura 5), hecho relacionado con lo expresado anteriormente.

Tanto el término esencial (w_e) como el no esencial (βw_p) muestran un incremento conforme la historia termomecánica aumenta (Tabla 2 y Figura 6). Este hecho implicaría un incremento global de la tenacidad del sistema, es decir que tanto la energía necesaria para generar dos nuevas superficies libres (en el plano de propagación de grieta y relacionado con w_e) como el consumido en la zona adyacente a este plano de propagación durante la propagación relacionado con la resistencia a la propagación lenta de la grieta (βw_p) [12] van en aumento.

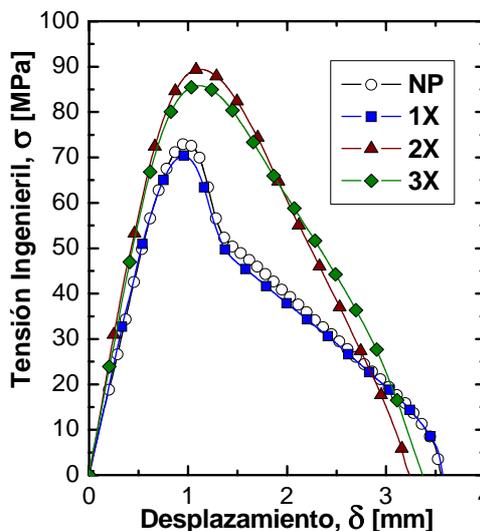


Figura 4. Curvas σ - δ típicas para una longitud de ligamento nominal (L) de 11 mm.

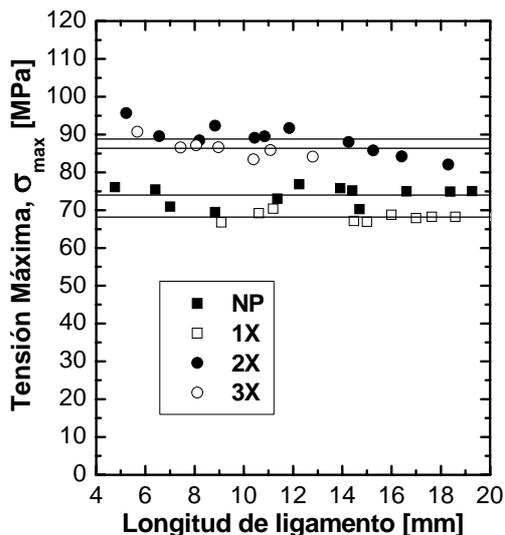


Figura 5. Tensión máxima alcanzada en los ensayos en función de la longitud de ligamento. Las líneas representan el valor promedio para cada sistema

Tabla 2. Valores de w_e , βw_p y tamaño de zona plástica (β) en los sistemas estudiados

	w_e (kJ/m ²)	βw_p (MJ/m ³)	$\beta \times 10^2$
NP	18 ± 1	10.1 ± 0.1	8.5 ± 0.3
1X	19 ± 2	9.6 ± 0.2	8.5 ± 0.2
2X	25 ± 2	13.5 ± 0.2	15.6 ± 0.6
3X	25 ± 1	13.6 ± 0.2	16.2 ± 0.5

Valores de errores provenientes del análisis estadístico de la regresión.

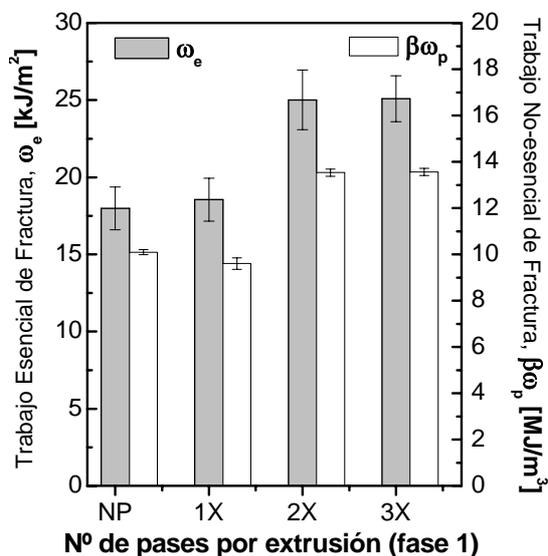


Figura 6. Variación de w_e y βw_p en función del número de procesamiento.

Esta situación pareciera contrastar con la idea general de que a mayor número de procesamiento, las propiedades en general tienden a degenerar. Si se considera que el tipo de fractura que presenta el sistema es catalogada de “postcedencia”, el factor que juega un papel importante sería la tensión de inicio de

deformación plástica.

No obstante, no hay que olvidar la contribución que aporta el aumento de rigidez global del sistema (aumento de E), lo que estaría balanceando el “déficit energético” que se presenta por propagación prematura y que podría relacionarse con la energía necesaria para iniciar la deformación plástica, asociado con el parámetro definido como “resiliencia” en un ensayo de tracción. La figura 4 presenta la tendencia ascendente de este parámetro, conforme aumenta el número de procesamientos, similar al observado en los parámetros de fractura obtenidos. Es importante acotar que si bien estos parámetros de tracción son obtenidos en condiciones de contenido de humedad inferior a la de los ensayos de EWF, es de esperar que las tendencias se mantengan.

Se ha establecido que para materiales semicristalinos ambos parámetros alcanzan un máximo en función de la cristalinidad del sistema, manteniendo otras variables estructurales constantes (ejm. Masa molecular y su distribución). Atribuyen la caída en tenacidad a la disminución de la densidad de segmentos de cadena que interconectan los cristales (“tie molecules”) lo cual hace que exista una interfase débil entre estas entidades que no logra distribuir las tensiones locales hacia las zonas amorfas, intensificándose y promoviendo el crecimiento inestable de la grieta [13].

Sin embargo, este planteamiento no puede ser aplicado de forma directa en el sistema en estudio dadas las similitudes en cristalinidad obtenidas y la hipótesis planteada de reacciones de extensión de cadenas que modificarían la distribución de masas moleculares del material.

Una posible explicación puede provenir del aumento en el número de estos segmentos de cadenas enlazantes (densidad de enredos) producto de las reacciones de extensión de cadenas propuestas. Esto ocasionaría que la transferencia de tensiones entre la fase cristalina y amorfa sea más eficiente, incrementando el valor de w_e . Evidencias de esta situación pueden encontrarse al analizar la superficie de fractura (Figura 7), donde se observa claramente que la proporción de superficie irregular es superior en la muestra de film proveniente del EVOH 3X respecto al NP.

Paralelamente, este aumento en la efectividad de transmisión de tensiones entre fases (cristalina-amorfa), puede estar ocasionando que en las regiones externas al plano de propagación de grieta, el volumen de deformación plástica aumente, con lo que el término βw_p incrementaría, hecho que queda evidenciado al determinar el factor geométrico β (Tabla 2), el cual muestra un hasta un 90 de aumento para el sistema 3X.

4. CONCLUSIONES

De acuerdo a los resultados obtenidos, un aumento en el número de procesamiento en el copolímero EVOH con un 32 % mol de Etileno conlleva a un aumento aparente de la tenacidad del sistema en condiciones de equilibrio

de humedad ambiental al 85 % HR.

Este efecto puede ser consecuencia de posibles reacciones de extensión de cadenas que se presentarían en las fracciones de cadenas (usualmente más cortas) de composición química fuera del promedio global del copolímero (bajos contenidos relativo de secuencias de etileno). Esto conllevaría a un aumento en la densidad de enredos moleculares (moléculas enlazantes) que promoverían una mejora en la transmisión de tensiones entre las fases cristalinas y amorfas del sistema.

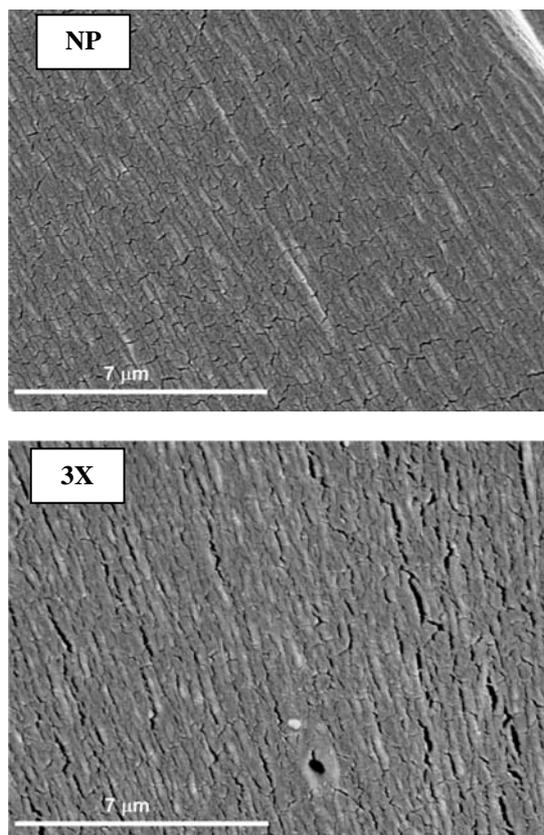


Figura 8. Micrografía SEM de las superficies de fractura del ligamento para las muestras NP y 3X y una longitud de ligamento de 11 mm. Barra de escala: 7µm.

AGRADECIMIENTOS

Los autores desean agradecer al MCYT por la financiación del proyecto: MAT 2003-08480-C03-02

REFERENCIAS

[1] López-Rubio, A., Lagaron, J. M., Giménez, E., Cava, D., Hernández-Muñoz, P., Yamamoto, T., Gavara, R., *Morphological alterations induced by temperature and humidity in Ethylene-Vinyl Alcohol copolymers*, *Macromolecules*, **36**, 9467-9476 (2003)

[2] Brydson, J.A., *Plastic Materials, Cap.11*, Butterworth-Heinemann, 7th Ed., UK (1999).

[3] Artzi, N., Tzur, A., Narkis, M. Siegmann, A., *The effect of extrusion processing conditions on*

EVOH/Clay nanocomposites at low organo-caly contents, *Polymer Composites*, **26(3)**, 343-351, (2005).

[4] European Structural Integrity Society (ESIS) – TC4 Group, Moore, D.R., Pavan, A., Williams, J.G. (Eds.), *Essential Work of Fracture*, in *Fracture Mechanics Testing Methods for Polymers, Adhesives and Composites*, ESIS Publication 28, Elsevier, UK (2001).

[5] Ramakrishnan, S., *Well-defined Ethylene-Vinyl Alcohol copolymers via hydroboration: control of composition and distribution of the hydroxyl groups on the polymer backbone*, *Macromolecules*, **24**, 3753-3759, (1991).

[6] VanderHart, D. L., Simmons, S., Gilman, J. W., *Solid-state ¹³C nuclear magnetic resonance spectroscopy of ethylene(vinyl alcohol copolymers: morphological partitioning of hydroxyls*, *Polymer*, **36(22)**, 4223-4232, (1995).

[7] Cerrada, M. L., Pérez, E., Pereña, J.M., Benavente, R., *Wide-angle X-ray diffraction study of the phase behaviour of Vinyl Alcohol-Ethylene copolymers*, *Macromolecules*, **31**, 2559-2564, (1998).

[8] Fonseca, C., Pereña, J.M., Benavente, R., Cerrada, M. L., Bello, A., Pérez, E., *Microhardness and thermal study of the annealing effects in vinyl alcohol-ethylene copolymers*, *Polymer*, **36(9)**, 1887-1892, (1995).

[9] Santana, O.O., Ponçot, M., Maspocho, M. Ll., Gordillo, A. *SSA analysis applied to EVOH copolymers: Effect of thermomechanical history*, *Polymer Testing*, (en revision).

[10] Manteanu, D. *Crosslinking and controlled degradation of polyolefins* en *Plastic Additives Handbook, 5th Ed.* (H. Zweifel, Ed.), Hanser, Munich (2001). Pp: 725-737.

[11] J. J. Sánchez, O. O. Santana, A. Gordillo, M. Ll. Maspocho, A. B. Martínez, *Essential work of fracture of injection moulded samples of PET and PET/PC blends*, *Fracture of polymers, composites and adhesives*, **2**, 77 – 88 (2003)

[12] R. Cañizares, P. Serrano, J. J. Sánchez, A. Gordillo, D. Salazar, O. O. Santana, *Influencia de las condiciones de procesamiento en el comportamiento a fractura de películas de LLDPE evaluado mediante Trabajo Esencial de Fractura (EWF)*, *Anales de la mecánica de la fractura*, **19**, 153-158 (2002)

[13] Karger-Kocsis, J. *Microstructural and molecular dependence of the work of fracture parameters in semicrystalline and amorphous polymer systems* En Williams, J.G, Pavan, A. *Fracture of polymers, composites and adhesives*, Elsevier, UK (2000). Pp: 213-230

PROPAGACIÓN DE FISURAS EN ENSAYOS DE FLEXIÓN EN TRES PUNTOS EN PMMA

I. Villa, J.A. Loya, J. Fernández-Sáez

Departamento de Mecánica de Medios Continuos y Teoría de Estructuras.
 Universidad Carlos III de Madrid.
 Av. de la Universidad 30, 28911 Leganés, Madrid, España.
 E-mail: ivilla@ing.uc3m.es
 Tfno: 916 24 91 62 - Fax: 916 24 99 73

RESUMEN

En este trabajo se ha medido la velocidad de propagación de fisuras en probetas de *PMMA* ensayadas a flexión en tres puntos en una máquina universal, a diferentes velocidades de desplazamiento del punto de carga y partiendo de entallas con distintas longitudes. La técnica experimental utilizada para esta medida consiste en fotografiar con un cámara de alta velocidad el proceso de propagación de la fisura. Mediante el correspondiente postproceso de las imágenes, se determina la longitud de la fisura en diferentes instantes de tiempo y se calcula su velocidad de propagación. Ésta, se ha correlacionado con la energía elástica disponible y los resultados se han comparado con los obtenidos por otros investigadores en otras condiciones de ensayo. Esta técnica se ha mostrado viable para observar la influencia de las condiciones de ensayo mencionadas en la velocidad de propagación.

ABSTRACT

In this work, crack propagation velocity in *PMMA* specimens was measured during TPB tests performed on a universal testing machine, considering the effect of different initial notch-lengths and loading-point displacement rate. In the experimental part, a high-speed camera was used to record the crack propagation process and determine the instantaneous crack length during the test. The average steady crack propagation velocity was also calculated and correlated with the stored elastic energy, and these results have been compared with those obtained by other authors for different test conditions. This experimental technique appears to be suitable to observe the influence of the test conditions in the crack propagation velocity.

ÁREAS TEMÁTICAS PROPUESTAS: Fractura de Cerámicos y Polímeros.

PALABRAS CLAVE: Propagación de fisuras, *PMMA*, fotografía de alta velocidad.

1. INTRODUCCIÓN

El análisis de la propagación de fisuras en materiales frágiles es un tema que ha concitado el interés de numerosos investigadores, tanto desde el punto de vista teórico como experimental. Un objetivo fundamental que se persigue en los estudios de propagación dinámica de fisuras es entender y predecir la velocidad y el camino que seguirá una fisura en su propagación. La ecuación que rige la propagación de una fisura en un material frágil se puede establecer igualando la tasa de liberación de energía, G_d , que dependerá de la geometría del sólido, de la longitud de fisura y de su velocidad de propagación y deberá ser evaluada mediante la solución del correspondiente problema elástodinámico, con la resistencia a la fractura del material, G_c , que dependerá de la velocidad de propagación de la fisura, es decir [1]:

$$G_d(a, \dot{a}, \dots) = G_c(\dot{a}, \dots) \quad (1)$$

Habitualmente se considera que para cada material existe una relación única entre G_c y \dot{a} [2] por lo que los intentos

para su determinación cobran un indudable interés.

Una de las dificultades más importantes para la determinación de la relación $G_c(\dot{a})$ reside en la medida de la velocidad de propagación. Murphy e Ivankovic [3] en un trabajo muy reciente presentan resultados de la velocidad de propagación de fisuras en placas de *PMMA* de 8 mm de espesor con pequeñas entallas de borde ensayadas a tracción simple con carga creciente hasta el inicio de la propagación de la fisura. También Zhou y otros [4] han realizado ensayos sobre placas rectangulares de *PMMA* de 3 mm de espesor. Las placas se pretensionan hasta una cierta carga constante, momento en que se practica en el centro de la placa, con ayuda de una cuchilla, un pequeña fisura, cuya velocidad de propagación se mide mediante la colocación de bandas que van siendo cruzadas por la fisura durante su propagación.

Sin embargo, no se han realizado medidas de la velocidad de propagación en ensayos de flexión en tres puntos sobre probetas de reducidas dimensiones como las que pueden ser utilizadas para evaluar el comportamiento en fractura en condiciones estáticas de este tipo de materiales.

La información obtenida de estos ensayos puede ser de gran valor para obtener la dependencia de la función de ablandamiento del material, cuyo conocimiento es clave cuando se usan modelos de fisuración cohesiva para analizar la rotura de este tipo de materiales, con la velocidad de deformación.

En este trabajo se ha medido la velocidad de propagación de fisuras en probetas de *PMMA* ensayadas a flexión en tres puntos en una máquina universal a diferentes velocidades de desplazamiento del punto de carga y partiendo de entallas de diferentes longitudes. Para ello se ha empleado una técnica basada en un sistema de fotografía a alta velocidad. La velocidad de propagación se ha correlacionado con la energía elástica disponible para la propagación y los resultados se han comparado con los obtenidos por otros investigadores en otras condiciones de ensayo.

2. TÉCNICAS EXPERIMENTALES

Los estudios se han llevado a cabo sobre PoliMetilMetacrilato (*PMMA*). En primer lugar se han realizado ensayos para medir las propiedades mecánicas a tracción del material en una máquina universal INSTRON 8516, sobre probetas cuyas dimensiones y geometría se aprecian en la figura 1.

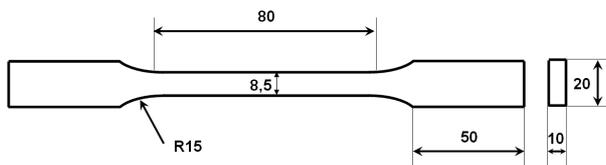


Figura 1: Geometría de las probetas de tracción. Dimensiones en *mm*.

A partir de los resultados de los ensayos de tracción se ha obtenido la curva tensión deformación y se han determinado los valores del módulo de elasticidad, E , el límite elástico, $\sigma_{0,2}$ y la resistencia a tracción, σ_u , del material empleado.

También se ha medido la tenacidad de fractura, K_{IC} , siguiendo el procedimiento especificado en la Norma ASTM D 5045 [5], mediante la realización de ensayos de flexión en tres puntos sobre probetas fisuradas cuyas dimensiones y geometría se muestran en la figura 2.

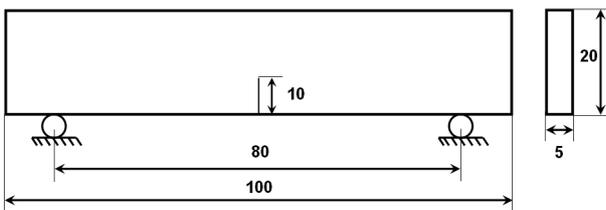


Figura 2: Geometría de las probetas de flexión en tres puntos. Dimensiones en *mm*.

Para realizar estos ensayos se ha hecho crecer una fisura a partir de la entalla inicial, de 8,5 mm aproximadamente, en una máquina de fisuración por resonancia, compuesta por los siguientes elementos:

- Dos masas de acero unidas una a cada extremo de la probeta que actúan como péndulos.
- Un generador de ondas que permite transmitir un movimiento de oscilación forzada a uno de los péndulos mediante un motor eléctrico, comportándose el bloque formado por péndulos y probeta como un sistema de dos péndulos acoplados.
- Un marco de fundición que soporta el conjunto de elementos mecánicos, incluidos los péndulos y el motor eléctrico.

En las figuras 3 y 4 se muestra, respectivamente, una vista general del dispositivo y un detalle de una probeta situada en el mismo. Este método de fisuración ha resultado ser muy controlado y repetitivo, aún para materiales cuasifrágiles como el *PMMA*, y se presenta como una alternativa que mejora otros procedimientos basados en practicar la fisura por medio de cuchillas.



Figura 3: Máquina de fisuración por resonancia.

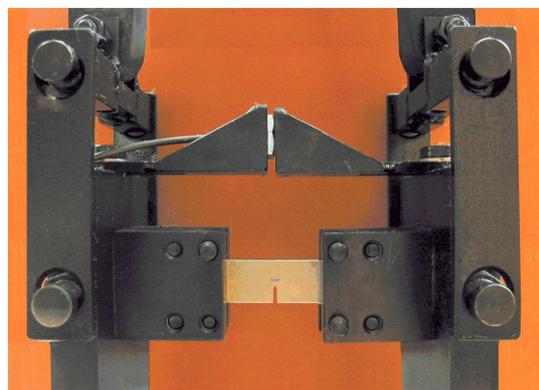


Figura 4: Detalle de la probeta montada en la máquina de fisuración por resonancia.

Las propiedades mecánicas a tracción, así como la tenacidad de fractura, medidas para el *PMMA* ensayado se muestran en la tabla 1.

E (MPa)	$\sigma_{0,2}$ (MPa)	σ_u (MPa)	K_{IC} (MPa \sqrt{m})
2870	27,1	47,8	1,05

Tabla 1: Propiedades mecánicas del *PMMA* ensayado.

Los estudios de propagación de fisuras se han llevado a cabo sobre probetas entalladas de flexión en tres puntos con las mismas dimensiones que las de la figura 2 con entallas de diferentes longitudes ($a_0 = 2; 5; 8$ y 10 mm). Las entallas se han realizado con una sierra de hilo de tal forma que el fondo de la entalla es aproximadamente semicircular con un radio de $0,28$ mm. Los ensayos de flexión se han realizado en control de desplazamiento y a cuatro velocidades de desplazamiento del punto de aplicación de carga diferentes (0,25; 0,5; 2,0 y 5,0 mm/min). Un esquema de la configuración del ensayo de flexión en tres puntos se muestra en la figura 5.

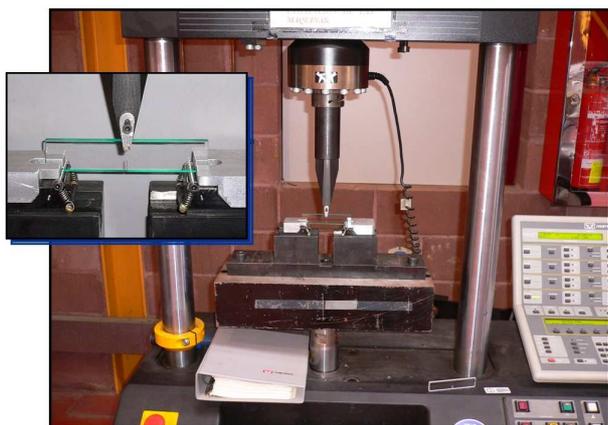


Figura 5: Ensayo de flexión en tres puntos sobre probetas entalladas.

Durante el ensayo se ha filmado la zona de la entalla más el ligamento con una cámara de alta velocidad *Photron ultima APX*. La cámara se ha colocado formando un ángulo de 45° aproximadamente. Se ha iluminado con un foco de 2200 vatios de potencia máxima, mediante un modo de onda cuadrada que garantiza una intensidad constante en todo momento, eliminando el tiempo del paso por cero de la onda sinusoidal. En la figura 6 se muestra un esquema de la disposición de los diferentes equipos durante el ensayo.

Mediante este sistema se han obtenido 180000 imágenes por segundo, con un tiempo de exposición de $4 \mu s$, obteniéndose secuencias como la que se muestra en la figura 7.

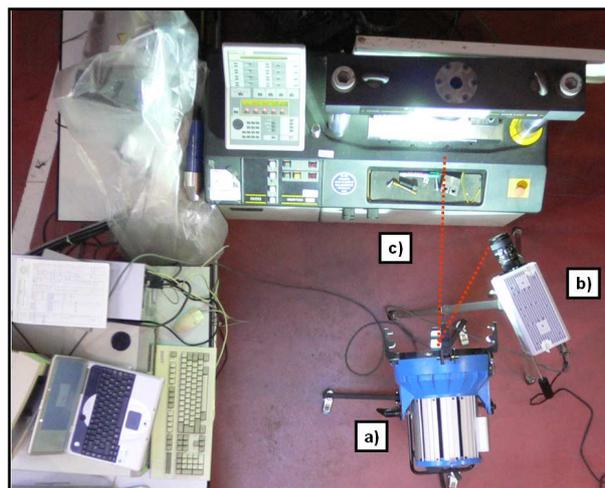


Figura 6: Disposición de los equipos durante el ensayo: a) foco; b) cámara; c) máquina de ensayo.

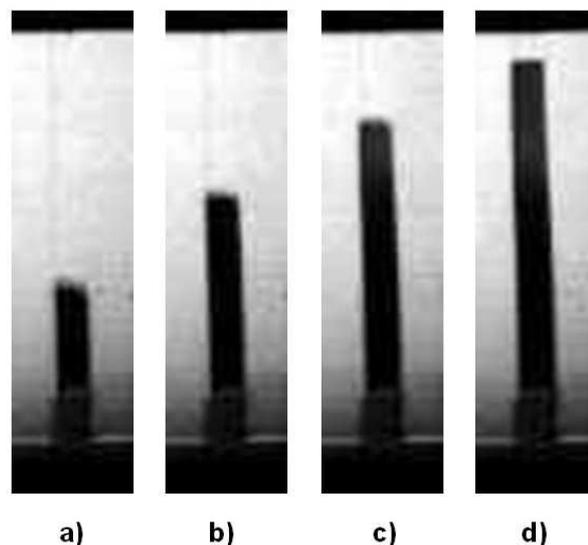


Figura 7: Secuencia del proceso de propagación de fisura. a) $t=33 \mu s$; b) $t=55 \mu s$; c) $t=77 \mu s$; d) $t=100 \mu s$.

Las imágenes se han procesado con objeto de determinar la longitud de la fisura en diferentes instantes de tiempo obteniéndose resultados como los que se muestran en la figura 8.

Con los datos contenidos en estos registros se ha evaluado la velocidad instantánea de propagación de la fisura, \dot{a}_i , a partir de las longitudes medidas, mediante la siguiente expresión:

$$\dot{a}_i = \frac{a_{i+1} - a_{i-1}}{2\Delta t} \quad (2)$$

donde Δt indica el intervalo de tiempo entre dos imágenes sucesivas.

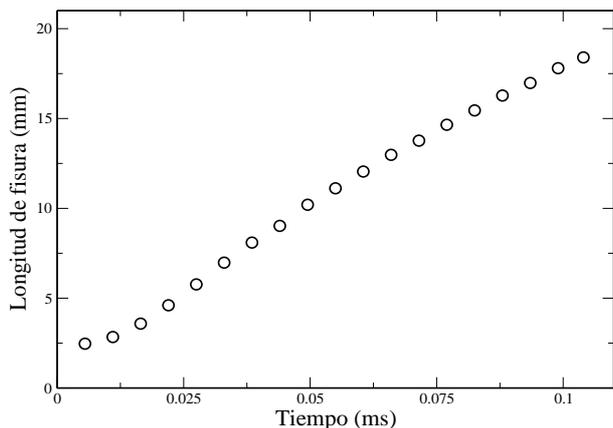


Figura 8: Longitud de la fisura en función del tiempo.

En cada ensayo se han registrado las curvas carga-desplazamiento del émbolo (una de las cuáles se muestra en la figura 9, a modo de ejemplo), así como la carga máxima alcanzada. Considerando que la propagación de la fisura se inicia cuando se alcanza la carga máxima, se puede obtener un valor de la energía disponible para hacer propagar la fisura, G_c , a partir el área, A , encerrada bajo la curva carga-desplazamiento, mediante:

$$G_c = \frac{2A}{B(W - a_0)} \quad (3)$$

donde B y W son el espesor y el canto de la probeta respectivamente y a_0 la longitud de la entalla.

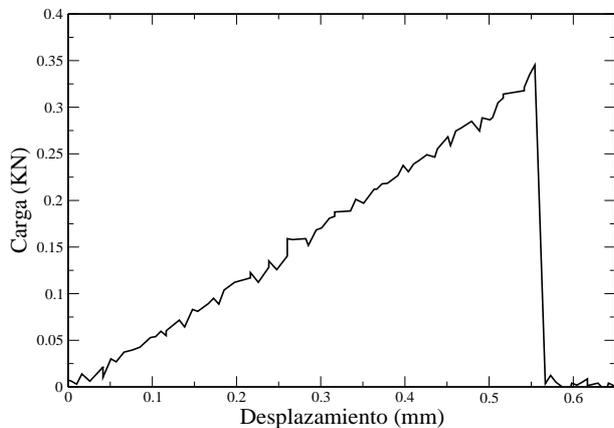


Figura 9: Registro típico carga-desplazamiento.

Se han ensayado 32 probetas correspondientes a 16 condiciones de ensayo diferentes (dos probetas por condición): cuatro longitudes de entalla (2; 5; 8 y 10 mm) y cuatro velocidades de desplazamiento (0,25; 0,5; 2,0 y 5,0 mm/min).

3. RESULTADOS

En la figura 10 se muestran los resultados relativos a la variación de G_c , obtenida mediante la ecuación (3), con la longitud inicial de la entalla para las cuatro velocidades de ensayo consideradas.

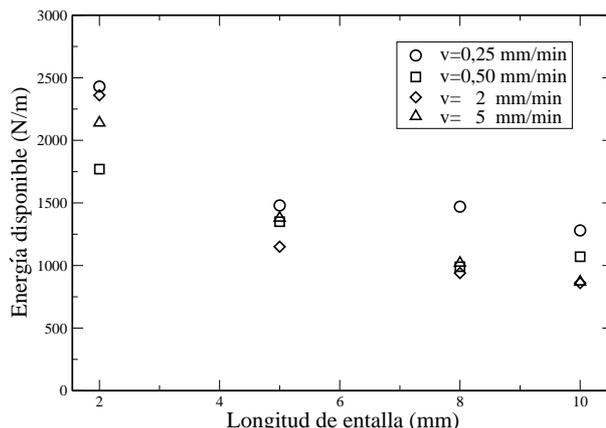


Figura 10: Energía disponible para la propagación en función de la longitud inicial de entalla.

En las figuras 11 a 14 se muestran las velocidades instantáneas de propagación en función de la longitud de la fisura para diferentes velocidades de ensayo y para las distintas longitudes de la entalla inicial.

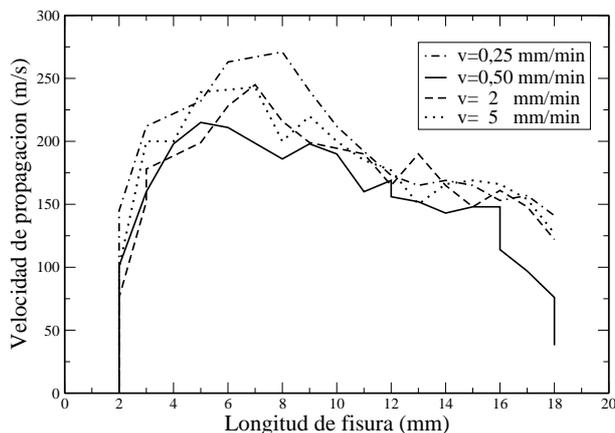


Figura 11: Velocidad de propagación en función de la longitud de fisura para $a_0 = 2 \text{ mm}$.

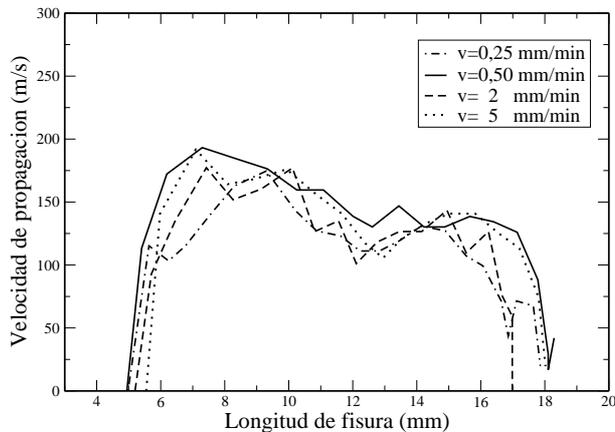


Figura 12: Velocidad de propagación en función de la longitud de fisura para $a_0 = 5 \text{ mm}$.

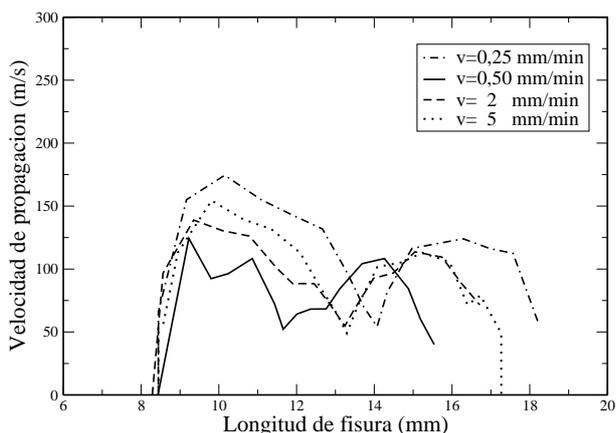


Figura 13: Velocidad de propagación en función de la longitud de fisura para $a_0 = 8 \text{ mm}$.

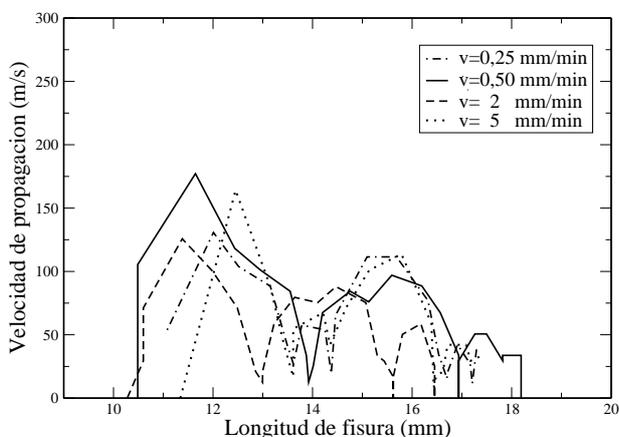


Figura 14: Velocidad de propagación en función de la longitud de fisura para $a_0 = 10 \text{ mm}$.

En estas figuras se aprecia que la velocidad de propagación de la fisura disminuye de manera significativa cuanto más larga es la entalla inicial, observándose cambios bruscos de velocidad para la entalla más larga, $a_0 = 10 \text{ mm}$, que prácticamente anulan la velocidad de propagación en algún punto intermedio del ensayo (Fig. 14).

También se ha calculado una velocidad media, \bar{v} , mediante la expresión:

$$\bar{v} = \frac{a_f - a_0}{t_f - t_0} \quad (4)$$

donde t_0 y t_f son los extremos del intervalo de tiempo en el que se disponen de imágenes del ensayo y a_f y a_0 son las correspondientes longitudes de la fisura en esos instantes.

La velocidad media así obtenida es muy similar a la que se habría obtenido como la pendiente de la recta de regresión que ajusta los valores de longitud de fisura frente al tiempo.

En la figura 15 se representa la evolución de la velocidad media con la longitud de la fisura para las diferentes velocidades de ensayo.

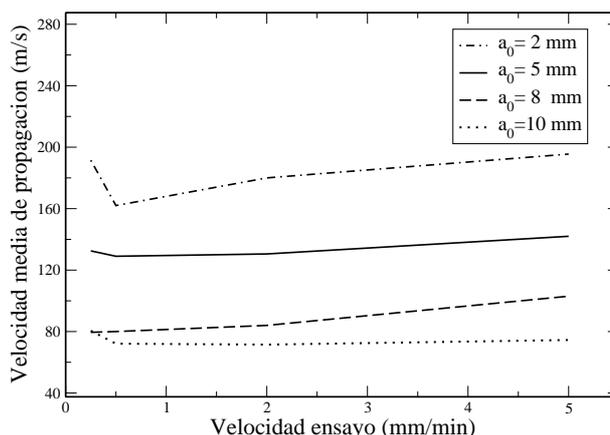


Figura 15: Velocidad media de propagación en función de la velocidad de ensayo.

En estos resultados no se aprecia un claro efecto de la velocidad del ensayo en la velocidad media de propagación de la fisura. En la figura 16 se muestra la variación de G_c con la velocidad de propagación media de la fisura. Zhou y otros [4] han propuesto una relación empírica para correlacionar ambas variables dada por:

$$G_c(\bar{v}) = G_0 L n \left(\frac{v_L}{v_L - \bar{v}} \right) \quad (5)$$

donde las constantes G_0 y v_L toman los valores $G_0 = 2000 \text{ N/m}$ y $v_L = 675 \text{ m/s}$. El intervalo de velocidades conseguidas por los citados autores está entre 100 m/s y 650 m/s , mientras que en nuestros ensayos la velocidad oscila entre 60 m/s y 200 m/s . Además existe otra importante diferencia, dado que en los ensayos cuyos resultados se muestran aquí, se parte de una entalla con un radio de curvatura y no de una fisura aguda. Para tener en cuenta esto último, se propone una relación $G_c(\bar{v})$ similar a la de la ecuación 5, en la que se mantiene el valor de $v_L = 675 \text{ m/s}$, pero en la que se sustituye el valor de G_0 por G_0^* , dado por:

$$G_0^* = G_0 \left(\frac{K_Q}{K_{IC}} \right)^2 \quad (6)$$

donde K_Q es la tenacidad aparente obtenida ensayando una probeta con las mismas dimensiones utilizadas para la medida de K_{IC} , pero con una entalla en vez de una fisura. Introduciendo el valor de la tenacidad aparente así obtenido ($K_Q = 1,85 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$) y el valor de la tenacidad de fractura recogido en la tabla 1, se obtiene un valor de G_0^* de 6208 N/m . En la figura 16 se recoge esta curva de ajuste comparada con los resultados experimentales obtenidos.

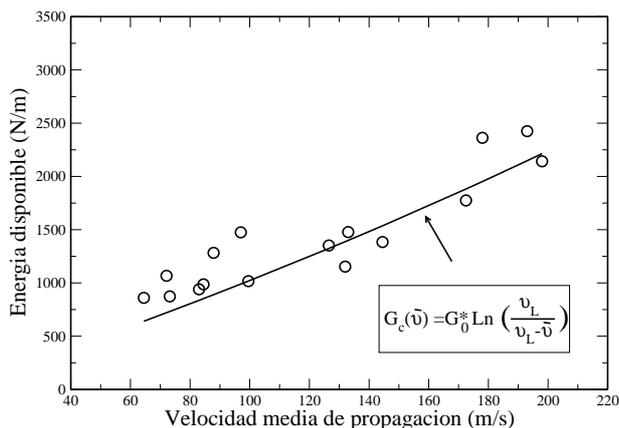


Figura 16: Energía disponible en función de la velocidad media de propagación.

4. CONCLUSIONES

En este trabajo se ha medido la velocidad de propagación de fisuras en probetas de *PMMA* ensayadas a flexión en tres puntos en una máquina universal a diferentes velocidades de desplazamiento del punto de carga y partiendo de entallas con distintas longitudes.

La técnica experimental utilizada consiste en fotografiar el proceso de propagación de la fisura en la probeta mediante una cámara fotográfica de alta velocidad, y tras un postprocesado de las imágenes resultantes, determinar la longitud de la fisura durante el ensayo.

De los resultados obtenidos mediante esta técnica, se ha podido observar que, en el intervalo de velocidades de en-

sayo considerado en este trabajo, la longitud de la entalla es el parámetro que más afecta a la velocidad de propagación de la fisura, disminuyendo dicha velocidad a medida que la entalla es más larga.

La velocidad de propagación se ha correlacionado con la energía elástica disponible y los resultados concuerdan con los obtenidos por otros investigadores en condiciones de ensayo diferentes.

REFERENCIAS

- [1] L.B. Freund, *Dynamic Fracture Mechanics*. Cambridge University Press. 1990.
- [2] J.W. Dally, W.L. Fournery y G.R Irwin, *On the uniqueness of the stress intensity factor-crack velocity relationship*. International Journal of Fracture, 27, 159–168, (2005).
- [3] N. Murphy y A. Ivankovic, *The prediction of dynamic fracture evolution in PMMA using a cohesive zone model*. Engineering Fracture Mechanics, 72, 861–875, (2005).
- [4] F. Zhou, J.F. Molinari y T. Shioya, *A rate-dependent cohesive model for simulating dynamic crack propagation in brittle materials*. Engineering Fracture Mechanics, 72, 383–1410, (2005).
- [5] ASTM D 5045-96, *Standard Test Method for Plane-Strain Fracture Toughness and Strain Energy Release Rate of Plastic Materials*. American Society for Testing and Materials, Philadelphia. 1996.

INFLUENCIA DE LA FORMULACION SOBRE LA CONDUCTA MECÁNICA Y TÉRMICA DE UNA ALEACIÓN POLIAMIDA/POLIPROPILENO

A. Valea, I. Mondragón, P. F. Salas, M. L. González

Departamento de Ingeniería Química y del Medio Ambiente.
Escuela Universitaria de Ingeniería Técnica Industrial de Bilbao- EUITI.
Universidad del País Vasco. Plaza La Casilla, 3, 48002- Bilbao, España.
Email: iapvapea@ehu.es

RESUMEN

Las mezclas de polímeros inmiscibles basadas en poliolefinas, ofrecen oportunidades atractivas para el desarrollo de materiales con nuevas propiedades. Sin embargo, las mezclas simples frecuentemente tienen propiedades mecánicas pobres y morfologías inestables. Así, la compatibilización de estas mezclas es necesaria. Si se toma como ejemplo, el polipropileno (PP) y la poliamida-6 (PA6) estos tienen muchas características complementarias. Por mezclado de PP y PA6 se obtiene un producto con propiedades equilibradas, incluyendo una reducción en la absorción de agua, propiedades mecánicas y térmicas razonables, procesabilidad mejorada y un costo aceptable. El primer objetivo de este trabajo, ha sido obtener aleaciones combinando las excelentes propiedades de los dos homopolímeros. La compatibilización de PA6/PP:60/40 se ha realizado con anhídrido maleico (AM). Se han investigado las mezclas compatibilizadas de PA6/PP/AM mediante ensayos mecánicos, térmicos y morfológicos. Las propiedades de los sistemas ternarios de PA6/PP/AM dependen de la morfología específica de la mezcla, la cual está determinada muchas veces por las diferencias de la tensión superficial de los componentes. Finalmente, a esta mezcla de PA6/PP:60/40 se le incorporan microesferas de vidrio y se estudia su morfología, su comportamiento mecánico y térmico en función de este nuevo componente.

Palabras clave: PA6/PP, compatibilización, microesferas.

ABSTRACT

The immiscible polymer mixtures based on poliolefinas offer attractive opportunities for the development of materials with new properties. Nevertheless, the simple mixtures frequently have poor mechanical properties and unstable morphologies. Therefore, the compatibilization of these mixtures is necessary. For instance, polypropylene (PP) and polyamide-6 (PA6) have many complementary properties. By blending PP and PA6 we obtain a product with balanced properties including reduced absorption of water, reasonable mechanical and thermal properties, improved processability and an acceptable price. The primary objective of this work was to obtain alloys combining the excellent properties of the two homopolymers. The maleic anhydride (AM) was applied as compatibilizer for PA6/PP:60/40 blends. Compatibilization of PA6/PP/AM blends was investigated by mechanical, thermal and morphological methods. The properties of the ternary system PA6/PP/MA depend on the specific blend morphology which is determined mainly by the differences of the surface tension of the components. Finally, to this mixture of PA6/PP:60/40 get up microbeads of glass and its morphology, its mechanical and thermal behaviour based on this new component studies.

Key words: PA6/PP, compatibilization, microbeads.

1. INTRODUCCIÓN

La mezcla de polímeros es un método muy conocido para el diseño de materiales macromoleculares con propiedades definidas para aplicaciones específicas, y en la mayoría de los casos es más versátil y una alternativa económica en la síntesis de nuevos materiales poliméricos. Por este motivo, tiene un gran interés el desarrollo industrial de sistemas poliméricos de mezclado.

El mezclado de dos o más polímeros ofrece un camino interesante a la hora de modificar las propiedades de los termoplásticos. El principal puede ser, por ejemplo la mejora de las propiedades de termoplásticos comunes o reducir el coste de polímeros ingenieriles de altas prestaciones.

Se acepta que debido a la baja entropía de la mezcla el producto resultante de la mezcla de dos polímeros es un sistema inmiscible compuesto por dos fases, donde el componente con mayor concentración forma la matriz continua, y el segundo componente se encuentra disperso en forma heterogénea en pequeños dominios. Estos sistemas presentan alta tensión interfacial y una mala adhesión, dando como resultado unas bajas propiedades mecánicas[1,2]. Para mejorar las propiedades de este tipo de mezclas, una serie de compuestos denominados agentes compatibilizantes se añaden a las mezclas. Estos compuestos generan interacciones interfaciales entre los componentes, dando como resultado una reducción en la energía entre las distintas fases, un

aumento en la adhesión y mejora durante los procesos de mezclado[3].

En los últimos años se ha incrementado el interés en el desarrollo de las mezclas de polímeros basadas en polipropileno y poliamida[4-10]. El polipropileno (PP) es un polímero pseudo-dúctil que presenta buenas propiedades mecánicas, poca absorción de humedad y presenta un bajo costo, sin embargo muestra baja resistencia a agentes químicos y al calor. Los plásticos de poliamida (PA) son ampliamente empleados en la fabricación de piezas de automóviles, productos ingenieriles y fibras textiles debido a su alta resistencia, módulo mecánico y buena procesabilidad. Sin embargo la poliamida generalmente presenta gran afinidad por el agua y sus propiedades mecánicas se ven muy afectadas por la absorción de esta. Por ello la PA frecuentemente se mezcla con poliolefinas, tales como el PP, que a pesar de tener un bajo módulo, mejora las propiedades del material, debido a su baja absorción de agua y así mismo reduce el costo final.

Las mezclas de polímeros PP/PA son inmiscibles, lo que genera compuestos con muy bajas propiedades mecánicas y su uso está limitado en numerosas situaciones. Una mejora significativa de las propiedades de la mezcla se puede conseguir por la adición de agentes compatibilizantes, que generalmente son polímeros funcionalizados con anhídrido maleico (AM) ó ácido acrílico, tales como PP-AM, SEBS (estireno-etileno-butadieno-estireno)-AM y EPDM (copolímeros de etileno-propileno-dieno)-AM. Durante el proceso de fundido-mezclado los polímeros funcionalizados pueden quedar enganchados *in situ* con la PA en una reacción que involucra los grupos anhídrido succínico del anhídrido maleico con los grupos final amina de la PA, produciendo un aumento considerable en la unión entre las dos fases. Recientemente, el uso de copolímeros formados *in situ* como compatibilizantes en la mezcla de polímeros ha atraído la atención debido a su conveniencia y simplicidad. El copolímero POE (elastómero de polietileno y octano) ha sido empleado[11] y comparado con un elastómero convencional como es la poliolefina EPDM, el POE presenta un mezclado más rápido y mejor dispersión cuando se mezcla con PP[12].

El objetivo del presente trabajo es el estudio sistemático y consecutivo de las distintas etapas involucradas en el proceso para la compatibilización de mezclas de PA/PP, y el desarrollo de la tecnología necesaria para lograr materiales con propiedades superiores. Se ha estudiado el comportamiento de mezclas poliméricas de PA6 y PP (90/10-75/25-60/40-10/90), como sistemas binarios y cuando a éstas se les ha añadido un agente de acoplamiento. Luego el estudio se centró en seleccionar alguna de las aleaciones anteriores, de acuerdo a los resultados obtenidos de los ensayos mecánicos y térmicos.

Por último, a la mezcla objeto de estudio (PA6(T)/PP: 60/40) se le ha incorporó un material inorgánico micro-métrico del tipo microesferas de vidrio (Fillite) todo esto con los inconvenientes de mezclado que conlleva;

cambio en la temperatura de mezclado, en la velocidad, en las condiciones de transformación, etc.[13]. El agregado de cargas de refuerzo al PP es reconocido como un medio para la mejora de las propiedades físicas del polímero y su performance a alta temperatura. Sin embargo, muchas veces la potencialidad de estos compuestos se ve limitada por una mala adhesión matriz-refuerzo, lo que da lugar al deterioro del comportamiento mecánico. Por lo tanto, es necesaria la compatibilización de estas mezclas.

Una vez se obtuvo la matriz deseada, se procedió a efectuar las probetas, ensayos, estudios de morfología (SEM), pruebas mecánicas y térmicas correspondientes, para establecer un sistema comparativo respecto a las aleaciones que no tenía el componente de refuerzo, como lo son las microesferas de vidrio.

2. METODOLOGIA EXPERIMENTAL

2.1. Materias Primas

Para la composición de las matrices se ha empleado poliamida-6 (C206) de TECHNYL(la cual se llamará en lo sucesivo: PA6(T)), polipropileno (PP) Isplen T5 cuyo proveedor es REPSOL YPF y como compatibilizante para la elaboración de sistemas ternarios se ha empleado un funcionalizado de PP con anhídrido maleico (PP-g-AM), conocido como G-3003, (para efectos del trabajo se llamará AM) suministrado por EASTMAN CHEMICAL Co. en concentraciones de 0,5-1,0-1,5% en peso. Finalmente, las microesferas incorporadas como cargas de refuerzo dentro de la matriz tanto para sistema binario, como para el sistema cuando esta compatibilizado, son microesferas fillite huecas, sin tratamiento superficial para la compatibilización, y en una cantidad de 3 y 5% en peso.

2.2. Procesado

Debido a la gran capacidad de la PA6 de absorber agua fácilmente, es necesario efectuar un secado previo de la granza en una estufa de vacío a 70 °C durante 12 horas. Se han preparado mezclas en una extrusora Davies Standard Co. [14], de husillo sencillo de 18 mm, con tres zonas reguladas de temperatura aparte de la boquilla y con baño de enfriamiento. Para incorporar las microesferas en la matriz, se hizo necesario realizar dos operaciones de mezclado en la extrusora debido a que se presentaba una concentración de éstas en la primera parte del material extruido. El primer proceso de mezclado se llevó a cabo regulando la temperatura (250 ± 10 °C) y la velocidad (11 ó 19 rpm), de acuerdo con las diferentes composiciones de estos materiales. El producto obtenido de este mezclado se pelletiza y se obtiene una granza que es sometida nuevamente al proceso de mezclado-fundido a una temperatura de 270 ± 10 °C, y a la misma velocidad del mezclado anterior, para obtener una matriz homogénea. Una vez se ha conseguido esto, se vuelve a pelletizar el material para

luego moldear probetas; éstas probetas se someten a ensayos determinantes, que reflejaran el resultado de una buena o mala compatibilización de los materiales implicados en la mezcla. Las probetas se han fabricado a una presión de $(1070 \pm 70) \cdot 10^5$ Pa y $(277,5 \pm 7,5)$ °C, en una prensa de inyección automática Battenfeld Plus 250 que posee moldes diseñados de acuerdo a la geometría establecida por la norma UNE 53023-86. Se ha tomado en consideración la norma UNE 53003 – ISO 291 referente al acondicionamiento de probetas y atmósferas relativas a los ensayos. Al final de este proceso se determina cual es el porcentaje de compatibilizante adecuado para el que los valores de las propiedades mecánicas y térmicas resulten óptimas cuando se incorporan microesferas (fillite) en la matriz.

2.3. Morfología de las mezclas

La morfología ha sido estudiada por microscopía electrónica de barrido (SEM), con un equipo JEOL 5510. La superficie de las muestras de rotura, de probetas que han sido sometidas a ensayos de impacto o de resistencia a tracción, fueron metalizadas con Au/Pd para mejorar la conducción del haz de electrones en las matrices de PA6/PP/PP-g-AM/ y las que tienen incorporadas las microesferas (fillite).

2.4. Ensayos térmicos

La temperatura de flexión bajo carga o HDT (cf. UNE 53075) se ha determinado con un equipo Deflex Jaime Bot i Riera, con comparadores de precisión $\pm 0,01$ mm, y la velocidad de calentamiento del ensayo es de 50 °C/h.

La temperatura de fusión (T_m), entalpía de fusión (ΔH_m) y la cristalinidad (X_w) de las aleaciones, se determinaron mediante los termogramas de calorimetría diferencial de barrido (DSC) que se obtuvieron en un equipo Mettler Toledo DSC 822 empleado para ello.

2.5. Ensayos mecánicos

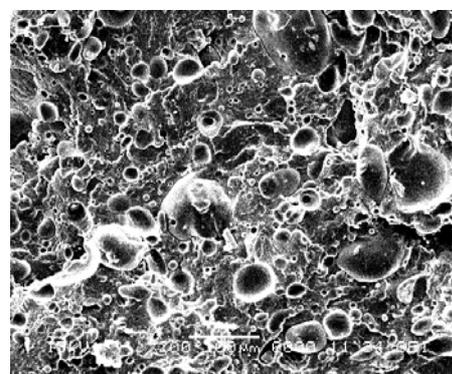
Las propiedades en tracción han sido llevadas a cabo en una máquina universal de ensayos Ibertest, modelo ELIB 50W de acuerdo con norma UNE 53023, a una velocidad de desplazamiento de la cruceta de 5 mm/min y para medir el alargamiento se emplearon pinzas extensométricas de 25mm.

3. RESULTADOS Y DISCUSIÓN

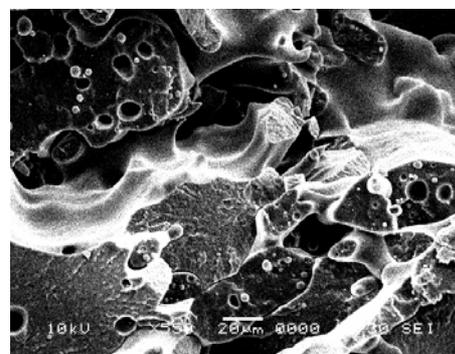
3.1. Morfología

El efecto del tipo de compatibilizante, puede verse comparando las morfologías de las mezclas. La Figura 1, muestra aleaciones sin y con presencia del agente de acoplamiento. La Figura 1a, es una micrografía de una mezcla no compatibilizada 60/40 de PA6(T)/PP. La inmiscibilidad de los dos componentes resulta visible,

observándose que la fase dispersa (PP) no se ha disgregado sobre la fase continua (PA) de la matriz. Las partículas de PP presentan un diámetro mayor ($50\text{-}40\ \mu\text{m}$), debido a la escasa compatibilización. La presencia de agujeros entre las partículas esféricas de la fase dispersa de PP y la fase continua de PA6, es una prueba de la falta de adhesión entre los homopolímeros. La micrografía de la Figura 1b, muestra una disminución importante en el tamaño de partícula del PP ($5\text{-}10\ \mu\text{m}$), reduciéndose también la tensión interfacial entre las fases debido a la incorporación del agente de acoplamiento AM (1,5% en peso) y como consecuencia se presenta una especie de estructura bi-continua. Este comportamiento esta de acuerdo con las mejoras indiscutibles de las propiedades mecánicas y térmicas, lo cual se puede atribuir a que el sistema binario se homogeniza y reduce el tamaño de sus partículas a medida que se agrega compatibilizante.



a)PA6/PP: 60/40

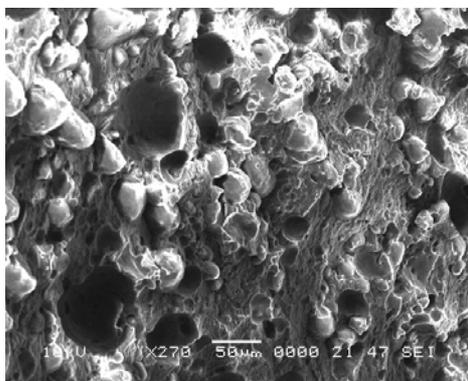


b)PA6/PP/PP-G-AM: 60/40/1,5

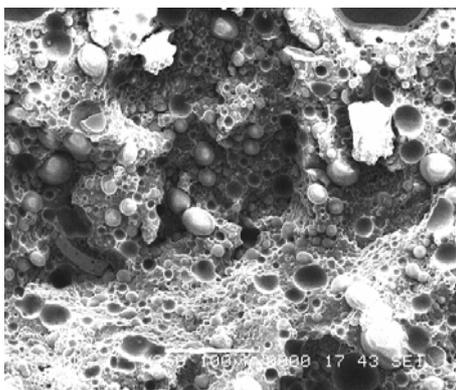
Figura 1. Micrografía electrónica de barrido (SEM) de una aleación PA6(T)/PP con y sin compatibilizante (G-3003).

Las Figuras 2a y 2b, son micrografías que muestran el comportamiento de la aleación PA6/PP:60/40 cuando están y no están compatibilizadas y además tienen incorporadas las microesferas. En estas Figuras se puede ver que el diámetro de partícula de polipropileno disperso disminuye al aumentar la concentración de compatibilizante en la aleación (de 0 a 1,5% en peso). Pero además en la Figura 2a se puede observar que aparte de la mezcla binaria de PA6(T)/PP:60/40, está presente un tercer componente que son las microesferas de vidrio (5% en peso). Hay muchas microesferas y se

ven los agujeros dejados por ellas después de que las probetas ensayadas en pruebas de impacto han roto. El hecho de que este tipo de microesferas (fillite), no tengan tratamiento superficial de acoplamiento, dificulta la compatibilización de estas con la matriz de PA6(T)/PP, en el proceso de mezclado-fundido; por esta razón las microesferas al producirse la rotura se separan de la matriz y dejan esos agujeros. La Figura 2b, muestra que el acoplamiento de las microesferas en esta matriz, mejora por la presencia del agente de compatibilización (G-3003), en un 1,5% en peso. Esto es muy favorable para las propiedades mecánicas de la mezcla. Cuanto más cubiertas estén las microesferas, mayor será el área interfacial y mas carga soportarán. Y cuando mayor es el área interfacial, la energía puede ser transferida con mayor eficiencia de una fase a la otra, lo cual se traduce en mejores propiedades mecánicas. También se pueden observar la presencia de agujeros (en menor cantidad) dejados por la microesferas, que se han desprendido después de la rotura, en sitios donde el compatibilizante no ha ejercido el efecto deseado.



a)PA6/PP/ G-3003/Fillite:60/40/0/5



b)PA6/PP/G-3003/Fillite:60/40/1,5/5

Figura 2. Micrografía electrónica de barrido (SEM) de una aleación PA6(T)/PP con y sin microesferas

3.3. Propiedades Térmicas

La adición del agente de compatibilización, disminuye la tensión interfacial entre las fases aumentando la adhesión entre fases y disminuyendo el tamaño de la fase dispersa. Esto produce una mejora en las propiedades mecánicas y térmicas en relación con las mezclas binarias. Después de mezclar y ensayar una serie de compo-

siciones de PA6/PP (90/10-75/25-60/40-10/90) es importante destacar que en la aleación 60/40 de PA6/PP con PA6 de TECHNLYL, es donde se presenta el mayor valor de *HDT* para la mezcla con adición del compatibilizante G-3003 en proporción del 1,5% cuyo valor es de 52,6 °C, registrando un aumento de 16,9% respecto a la misma composición sin compatibilizante que tiene un *HDT* de 45 °C, esto se puede ver claramente en la Tabla 1. Según las micrografías observadas, esto se puede atribuir a que el compatibilizante en esta concentración (1,5%) y para esta proporción de PA6(T)/PP:60/40 se adhiere mejor a las partículas de la fase dispersa (PP) de tal forma que se transmiten esfuerzos a lo largo de toda la matriz y la matriz es capaz de soportar mayor temperatura de reblandecimiento bajo carga. Para el caso de la aleación PA6(T)/PP/G-3003 en proporción 60/40/1,5 cuando esta tiene incorporada 3% de fillite y que tiene una *HDT* de 59,1 °C, el aumento es del 21,9% en *HDT* en comparación con la temperatura de deflexión térmica que no tiene compatibilizante (48,5 °C) y del 31,3% respecto a la aleación PA6(T)/PP:60/40 sin microesferas y sin compatibilizante (*HDT*=45 °C). Este es un resultado muy representativo, sobre todo cuando el sistema lleva incorporado microesferas de vidrio. Sin embargo esta temperatura se ve incrementada aún más cuando se incorpora al sistema 5% de fillite; por ejemplo el aumento de la temperatura *HDT* (61,8 °C) de la aleación PA6(T)/PP/G-3003:60/40/1,5 cuando esta tiene incorporada 5% de fillite es de 23,4% respecto al mismo sistema que no tiene compatibilizante (*HDT*=50,1 °C) y de 37,3% con la misma aleación sin compatibilizar y sin añadir las microesferas (*HDT*=45 °C).

Compatibilizante	T° HDT (°C)		
	0% Fillite	3% fillite	5% fillite
G-3003			
0	45,0	48,5	50,1
0,5	45,3	56,7	55,6
1,0	47,9	58,2	60,2
1,5	52,6	59,1	61,8

Tabla 1. Medida de la Temperatura de Deflexión Térmica (*HDT*) para aleaciones 60/40: PA6(T)/PP/ G-3003/Fillite

La incorporación de un segundo componente al polímero deberá inducir cambios en su estructura cristalina, y en la relación amorfo/cristalino de la fase polimérica, siendo el efecto más sobresaliente la inducción de nucleación estable en el sistema. Este puede ser el caso de las mezclas en las que un componente predomina sobre el otro. Las interacciones entre dos polímeros semicristalinos, y que uno de los componentes actúe de nucleante, tiene lugar en muchos sistemas siempre que uno de los componentes tenga una temperatura de fusión suficientemente más alta que la del otro componente; éste es el caso de las mezclas de polipropileno isotáctico, iPP, con PA6.

Si se comparan los diagramas obtenidos para el PP y la PA6(T) por separado, con el que se obtiene para una

mezcla de los dos componentes, resulta una curva que presenta dos picos (Figura 3), cada uno de los cuales corresponde a cada componente que forma la aleación, lo que demuestra la inmiscibilidad de los dos componentes. Si el termograma únicamente presentara un pico, significaría que la mezcla se encuentra totalmente compatibilizada. Al comparar las curvas obtenidas en la Figura 3, y los resultados de T_m para el PP de la Tabla 2 para la mezcla PA6/PP:60/40, con las del mismo sistema pero con 3 y 5% de microesferas (fillite), resultan temperaturas de fusión menores pero cercanas en los picos de las mezclas PA6/PP sin compatibilizar, y además con carga de microesferas. Sin embargo los valores de la entalpía y de la cristalinidad, se han visto reducidos comparando; por ejemplo, la entalpía de fusión y la cristalinidad del PP en la mezcla PA(6)/PP/G-3003/Fillite:60/40/0/3 que es de 24,59 J/g y de 12,94% respectivamente, con el valor de la entalpía y la cristalinidad del PP homopolímero que es de 72,88 J/g y de 38,25% respectivamente. Al mismo tiempo la aleación PA(6)/PP/G-3003/Fillite: 60/40/0/5 va incrementando sus valores de entalpía y cristalinidad y esto puede ser debido al cambio en la nucleación del PP. Este efecto se ve aun mas favorecido en los resultados para el PP de la Figura 4 y en la Tabla 2, cuando al sistema PA(6)/PP:60/40 se le incorpora 1% de compatibilizante G-3003. Esto indica que se presenta un ligero aumento de la miscibilidad entre ambos componentes debido a la presencia del agente de compatibilización que beneficia la nucleación del PP.

Si se observan los resultados de la temperatura de fusión, entalpía y cristalización de la PA6(T) en las Figura 3 y 4 y en la Tabla 3 el efecto del compatibilizante mejora la cinética de nucleación de cristales de la PA6; tanto así que los valores de T_m para el pico de la PA6(T) cuando esta se encuentra en aleación, se encuentran más cercanos a la PA6(T) homopolímero ($T_m = 221,26\text{ }^\circ\text{C}$), que en el caso del PP. Ahora, en el caso de la entalpía de fusión y de cristalinidad de la PA6(T) homopolímero, cuyos valores son 67,40 J/g y 32,25% respectivamente, se puede ver que los resultados más cercanos son los de las aleaciones sin compatibilizar con una entalpía de fusión igual a 40,19 J/g y una cristalinidad del 19,23% cuando la carga de microesferas es del 3% dentro de la aleación. Como se ha mencionado anteriormente, esto puede deberse a que el sistema binario facilita la incorporación de este porcentaje de microesferas, pero que si el porcentaje se aumenta, la incorporación resulta peor. Si por ejemplo se compara los valores de la entalpía y de la cristalinidad de las composiciones PA6/PP/G-3003:60/40/1 cuando estas tiene 3 y 5% de fillite, se puede ver que a medida que aumenta la concentración de microesferas los valores de entalpía y de cristalinidad aumentan. Esto puede ocurrir como consecuencia de la adición del compatibilizante G-3003 en 1%, lo cual ha beneficiado a la incorporación de las microesferas tal como se puede ver en las micrografías.

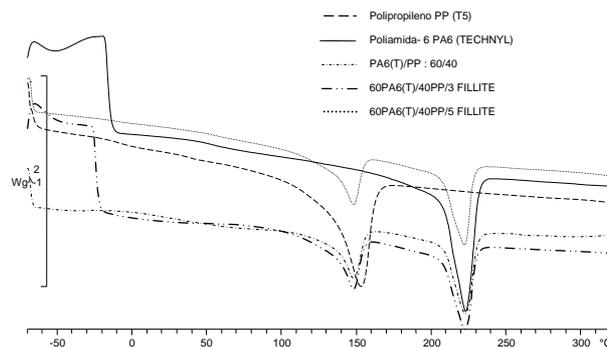


Figura 3. DSC de aleaciones PA6(T)/PP:60/40 sin G-3003, con 3% y 5% de microesferas (fillite)

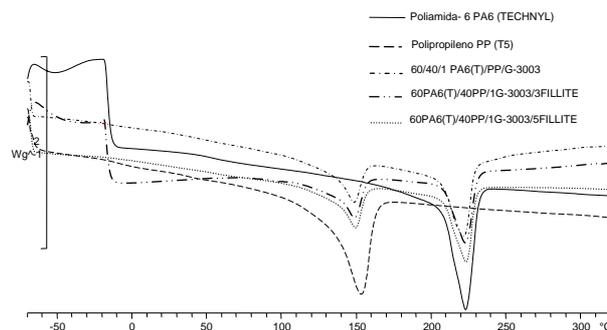


Figura 4. DSC para aleaciones PA6(T)/PP/G-3003:60/40/1, con 3% y 5% de microesferas (fillite)

Pico de PP			
PA/PP/G-3003/Fillite	T_m ($^\circ\text{C}$)	ΔH_m (J/g)	X_w (%)
60/40/0/0	147,43	23,55	12,39
60/40/1/0	146,66	21,80	11,47
60/40/0/3	147,25	24,59	12,94
60/40/1/3	148,32	24,06	12,66
60/40/0/5	147,36	24,76	13,03
60/40/1/5	148,61	25,23	13,28
PP	151,89	72,88	38,25

Tabla 2. Resultados DSC para el PP en las aleaciones

Pico de PA6(T)			
PA/PP/G-3003/Fillite	T_m ($^\circ\text{C}$)	ΔH_m (J/g)	X_w (%)
60/40/0/0	221,08	39,27	18,78
60/40/1/0	220,63	45,70	21,86
60/40/0/3	221,14	40,19	19,23
60/40/1/3	222,11	37,05	17,73
60/40/0/5	220,99	36,58	17,50
60/40/1/5	222,21	37,99	18,18
PA6(T)	221,26	67,40	32,25

Tabla 3. Resultados DSC para PA en las aleaciones

3.2. Propiedades Mecánicas

En la Figura 5 se puede analizar la variación del *módulo en tracción* tanto para la aleación PA6(T)/PP:60/40 sin compatibilizar, como compatibilizada y para la aleación cuando se le incorporan las microesferas. Para el caso de la aleación PA6(T)/PP:60/40 el incremento en el módulo de tracción es muy representativo, más cuando el sistema lleva incorporado compatibilizante

G-3003. El valor del módulo es de 3157,2 MPa en un sistema PA6(T)/PP/AM(G-3003):60/40/1,5, lo que representa un aumento del 203% respecto al sistema PA6(T)/PP sin compatibilizante con un módulo de 1041,3 MPa. El aumento es mayor cuando se compara el módulo de 4353,0 MPa para el sistema PA6(T)/PP/G-3003:60/40/1,5 con 3% de microesferas, con el del mismo sistema PA6(T)/PP:60/40 sin microesferas y sin compatibilizar (1041,3 MPa); para el cual el crecimiento del módulo resulta ser de 318,15%.

Como se puede ver en la Figura 5, los valores de módulo de tracción para las composiciones que llevan incorporado el 3% de microesferas (fillite) resulta ser muy cercano a los resultados con 5% de fillite en los valores donde se tiene 0 y 0,5% de compatibilizante. A partir de ahí los valores comienzan a alejarse, y esto podría deberse a que el acoplamiento de las cargas de microesferas en la mezcla, resulta ser más efectiva para el 3% que para cuando se incluye en el sistema el 5% de microesferas.

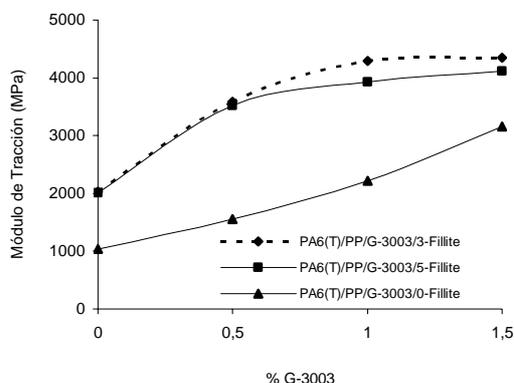


Figura 5. Medida del Módulo de Tracción para aleaciones PA6(T)/PP/G-3003:60/40/1, con y sin microesferas (fillite)

4. CONCLUSIONES

Los resultados obtenidos en los ensayos para el módulo de tracción, y HDT, se han visto mejorados cuando el sistema binario es compatibilizado y esto se puede explicar, porque al tener mezclas incompatibles de PA6(T)/PP se pueden compatibilizar usando un agente de acoplamiento que permita reducir la tensión interfacial entre las fases; el anhídrido maleico (AM) empleado en esta investigación ha proporcionado a los sistemas ternarios mejores propiedades que los sistemas binarios. Los copolímeros que se han formado durante la extrusión, reducen la tensión interfacial e incrementan la adhesión entre las fases, permitiendo una dispersión fina y una morfología más estable como se puede ver en las micrografías.

Los valores del módulo de tracción, aumentan con la concentración de compatibilizante. Pero además se observa que en las aleaciones con microesferas, también aumenta este valor, siendo mas significativo cuando tienen el 3% de fillite.

Existen favorables variaciones de las propiedades térmicas sobre todo para HDT, de todas las aleaciones PA6(T)/PP cuando son compatibilizadas con G-3003 y aún más cuando llevan incorporadas el 5% de microesferas. Los mejores resultados para entalpía de fusión y cristalinidad del PP en las mezclas, es cuando el sistema está compatibilizado y tiene 5% de fillite. Para el caso de la PA6(T) los resultados son un poco dispersos pero se ven mejorados cuando el sistema esta compatibilizado y sin microesferas y cuando se añaden las microesferas en 3% y 5% los resultados mejoran.

REFERENCIAS

- [1] Macknight, W.J., Lenz, R.W., Musto, P.V., Somani, R.J. *Polym. Eng. Sci.*, **25**, 1124 (1985)
- [2] Wu, S. *Polym. Eng. Sci.*, **27**, 335 (1987)
- [3] Heinkens, D., Barentsen, W. *Polymer*, **18**, 69 (1979)
- [4] Modic, M.J.; Pottick, L.A. *Polym. Eng. Sci.*, **33**, 819 (1993)
- [5] Rosch, J. *Polym. Eng. Sci.*, **35**, 1917 (1995)
- [6] Wong, S.C., Mai, Y.W. *Polymer* **41**, 5471 (2000)
- [7] Wong, S.C., Mai, Y.W. *Polymer* **40**, 1553 (1999)
- [8] Rosch, J., Mulhaupt, R. *Polymer Bull.* **32**, 697 (1994)
- [9] Tseng, F.P., Lin, J.J., Tseng, C.R., Chang, F.C. *Polymer* **42**, 713 (2001)
- [10] Wilkinson, A.N., Laugel, L., Clemens, M.L., Harding, V.M., Marin, M. *Polymer* **40**, 4971 (1999)
- [11] Yu, Z.Z.; Ou, Y.C.; Hu, G.H. *J. Appl. Polym. Sci.*, **69**, 1711 (1998)
- [12] Zeng, N.; Bai, S.L.; Sell, C.G.; Hiver, J-M.; Mai, Y.W. *Polym. Int.* **76**, 1285 (2002)
- [13] Salas, P.F, Mondragón, I., González, M.L, Valea, A. *Compatibilización y Propiedades de Aleaciones de PP/PA6*. IX Congreso Nal de Propiedades Mecánicas de Sólidos. Huelva, (2004)
- [14] Larsen, K.; Kotlar, H.K.; Gustafson, C.F. *J Appl. Polym. Sci.*, [75] 355(2000).

INFLUENCIA DE LA FORMULACION DE UNA RESINA MODACRILICA SOBRE LAS PROPIEDADES MECANICAS Y TERMICAS

Valea, A.; Mondragón, I.; González, M.L.

Dpto de Ingeniería Química y del Medio Ambiente
Universidad del País Vasco/ Euskal Herriko Unibertsitatea; UPV/EHU
EUITI de Bilbao Plaza La Casilla nº 3; BILBAO-48012
iapvapea@lg.ehu.es

RESUMEN

En el presente trabajo se ha utilizado una resina modar que combina propiedades características de las resinas poliéster modificada con grupos ester acrílico, reforzada con fibra de vidrio E en concentración variable para mejorar las propiedades mecánicas y las térmicas, empleando diferentes sistemas catalizador/acelerador. Se han evaluado las reactividades para las diferentes formulaciones y se han medido las propiedades físicas, térmicas y mecánicas que permiten caracterizar los sistemas bajo el punto de vista ingenieril.

ABSTRACT

In this work we have used a modar resin that joint characteristic properties of polyester resin modified with acrylic groups, reinforced with glass E fiber in a variable concentration, formulated for best, mechanical and thermal performance, with different catalyst systems. The reactivity has been evaluated for the different formulations and the physical, thermal and mechanical properties that characterise this systems by engineering point of view has been measured.

ÁREAS TEMÁTICAS PROPUESTAS: Aplicaciones prácticas en Ingeniería.

PALABRAS CLAVE: Resinas modacrílicas reforzadas, PRFV, Propiedades mecánicas.

1. INTRODUCCIÓN

Durante los últimos 25 años la tecnología y conocimiento, con respecto a la fabricación y aplicaciones de las resinas termoendurecibles, se han desarrollado en amplitud y profundidad, especialmente en resinas de poliéster insaturado, vinilésteres y resinas de ester-uretano. Los poliésteres insaturados ofrecen unas excelentes características de procesado, con una extensa variedad de sistemas de curado, que permiten el uso de catalizadores peróxidos convencionales sin riesgo de aparición de espuma. Las resinas esteres-epoxídicas presentan buenas características térmicas características, unidas a una probada resistencia a los agresivos, poseyendo buenas características de humectabilidad para la fibra de vidrio de refuerzo. Introduciendo la química de los grupos uretano en las cadenas de poliéster, existe la posibilidad de mejorar la dureza y resistencia a impacto así como la adhesión a las fibras de refuerzo, con la ventaja adicional de producir y mantener una buena tixotropía en estas resinas. En cuanto a las tecnologías de transformación, estas resinas pueden utilizarse en la mayoría de los sistemas convencionales, contacto, proyección, RTM, infusión, FW, pultrusión, etc.

En el presente trabajo se ha utilizado una resina modar que combina propiedades características de las resinas

poliéster modificada con grupos ester acrílico, reforzada con fibra de vidrio E en concentración variable para mejorar las propiedades mecánicas y las térmicas, empleando diferentes sistemas catalizador/acelerador. Se han evaluado las reactividades para las diferentes formulaciones y se han medido las propiedades físicas, térmicas y mecánicas que permiten caracterizar los sistemas bajo el punto de vista ingenieril. Así mismo se ha estudiado el efecto que puede producir el proceso de postcurado sobre las propiedades de las formulaciones estudiadas.

2. EXPERIMENTAL

La resina utilizada ha sido una modacrílica (Modar 865 suministradas por Ashland Chemical Hispania, S.A). El catalizador peróxido de metiletilcetona (PMEK) al 1,5 phr y como acelerador se ha utilizado octoato de Cobalto 0,30 phr. También se ha utilizado peróxido de benzoilo (PBO) al 1%, siguiendo el método SPI para la medida para normativa de la reactividad de la resina. Carga CaCO₃ de 3 µm OMYACARB y como refuerzo fibra de vidrio E en forma de tejido equilibrado 0°/90° de 500 g/m².

Para medir la reactividad se ha utilizado el método SPI, utilizando catalizador PBO al 1%; PMEK/Octoato de Cobalto = 1,50/0,30 phr (en molde a 50°C) y finalmente con PMEK/Octoato de Cobalto con la

mayor cantidad de carga de CaCO_3 que se haya podido dispersar (que correspondió a 141,8 phr en molde a 50°C). Las temperaturas se han medido con una termosonda PT-100 Crison Digit y el tiempo se ha medido con cronómetro Heuer $\pm 0,01\text{s}$.

Se han moldeado placas siguiendo el método de contacto a mano para las siguientes formulaciones: Resina modacrílica 826 catalizada con PMEK / octoato de cobalto = 1,50/0,30 phr 1) sin refuerzo; 2) con dos capas FV; 3) 4 capas de FV y 4) 6 capas de fibra de vidrio de refuerzo

El proceso de postcurado ha consistido en un ciclo de 170°C durante 3 horas seguido del consiguiente acondicionamiento previsto por UNE. Para poder observar la variación dimensional en volumen y en masa, se han medido y pesado las probetas antes y después del proceso de postcurado, con calibre digital Mitutoyo Digit ($\pm 0,01\text{ mm}$) y balanza analítica AND ($\pm 0,1\text{mg}$) respectivamente.

Los ensayos mecánicos realizados han sido: Ensayo de Dureza según UNE 53 130-91 realizado con un durómetro Shore D sobre soporte Bareiss L-61, para mejorar la reproductibilidad de las medidas. El ensayo de impacto según DIN 53453 ejecutado sobre un péndulo Charpy con martillo de 7,5 J. El ensayo de flexión se ha llevado a cabo en una máquina universal de ensayos Ibertest mod. Elib W50 siguiendo norma ASTM 790. Los ensayos de tracción también sobre máquina universal de ensayos Ibertest mod Elib W50 según norma UNE 53023-86. Se ha medido la temperatura de distorsión térmica (HDT) según norma UNE 53075-79 con un equipo Deflex HDT J.Bot i Riera. El análisis Termomecánicodinámico (DMTA) se ha realizado con un equipo DMTA Polymer Lab provisto de sistema criogénico por N_2 líquido y cabezal de flexión.

3. RESULTADOS Y DISCUSIÓN

3.1.-Medidas de reactividad

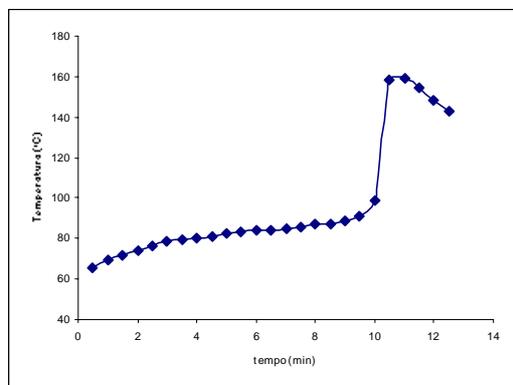


Figura 1: Reactividad SPI para la resina modacrílica 826 catalizada con 1% PBO

En las figura 1, 2 3 y se recogen los resultados de la reactividad SPI, utilizando como endurecedor PBO al 1%, PMEK/octoato de cobalto = 1,50/30 phr y para la última formulación a la que se ha añadido la carga CaCO_3 , respectivamente.

Las características más destacables observables es la elevada temperatura del pico exotérmico (159°C) cuando el catalizador es el PBO propio de un sistema muy reactivo lo cual se confirma con el pequeño tiempo de curado (10min 30 s)

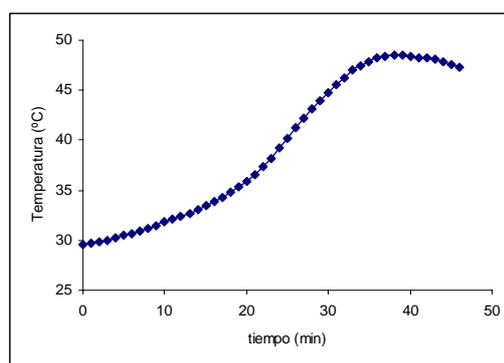


Figura 2: Reactividad SPI (modificada) para la resina modar 826 catalizada con PMEK / octoato de cobalto = 1,50 / 0,30 phr

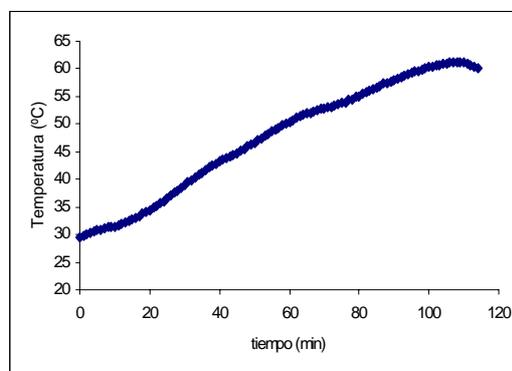


Figura 3: Reactividad SPI (modificada) para la resina modar 826 catalizada con PMEK / octoato de cobalto = 1,50 / 0,30 phr con la máxima cantidad dispersable de CaCO_3 (141,18%w) (molde 50°C)

En las figuras 2 y 3, se ve que los picos exotérmicos aparecen a $48,5^\circ\text{C}$ y a $61,2^\circ\text{C}$ en los sistema curados con PMEK/octoato de Co con y sin carga de CaCO_3 . Esto indicaría que el CaCO_3 finamente dividido probablemente suministra una mayor superficie de reacción y que al ser más aislante que la propia resina disipa menos el calor de reacción. Siendo el PMEK/Octoato de Co un sistema menos reactivo que el PBO

Probeta	Tracción			Flexión			Impacto			HDT		
	1	2	3	1	3	4	1	2	3	1	2	3
-ΔV (mm ³)		18,39	36,9	21,63	58,94	30,65	50,40	19,73	26,31	45,64		74,31
-Δm (g)	0,277	0,2757	0,2807	0,1309	0,1207	0,1261	0,1113	0,101	0,1083	0,158	0,135	0,136

Tabla 1: Variación en masa y volumen de la resina modar 826 (sin refuerzo)
 $-\Delta V(\text{medio}) = 41,413 \text{ mm}^3$; $-\Delta m(\text{medio}) = 0,1587 \text{ g}$

Probeta	Tracción			Flexión			Impacto			HDT		
	1	2	3	1	3	4	1	2	3	1	2	3
-ΔV (mm ³)	60,38	78,23	36,9	53,835	58,54	58,275	46,94	87,075	49,387		59,09	
-Δm (g)	0,070	0,0732	0,0741	0,0206	0,0191	0,0564	0,0204	0,0602	0,0106	0,1004	0,0299	0,118

Tabla 2: Variación en masa y volumen de la resina modar 826 (sin refuerzo) + 2 FV
 $-\Delta V(\text{medio}) = 61,32 \text{ mm}^3$; $-\Delta m(\text{medio}) = 0,0477 \text{ g}$

Probeta	Tracción			Flexión			Impacto			HDT		
	1	2	3	1	2	3	1	2	3	1	2	3
-ΔV (mm ³)		21,64	78,90	60,89	52,36	49,96	58,395	63,40	42,415	81,18		45,64
-Δm (g)	0,082	0,0799	0,0769	0,0283	0,0299	0,0298	0,0292	0,0248	0,0271	0,0406	0,0314	0,0326

Tabla 3: Variación en masa y volumen de la resina modar 826 (sin refuerzo) + 4 FV
 $-\Delta V(\text{medio}) = 56,313 \text{ mm}^3$; $-\Delta m(\text{medio}) = 0,0427 \text{ g}$

Probeta	Tracción			Flexión			Impacto			HDT		
	1	2	3	1	2	3	1	2	3	1	2	3
-ΔV (mm ³)	53,12		39,63		84,16	48,175	79,315			57,4	32,05	69,72
-Δm (g)	0,099	0,0786	0,0801	0,0337	0,0307	0,0258	0,0216	0,0213	0,0286	0,0374	0,0355	0,0469

Tabla 4: Variación en masa y volumen de la resina modar 826 (sin refuerzo) + 6 FV
 $-\Delta V(\text{medio}) = 57,95 \text{ mm}^3$; $-\Delta m(\text{medio}) = 0,0431 \text{ g}$

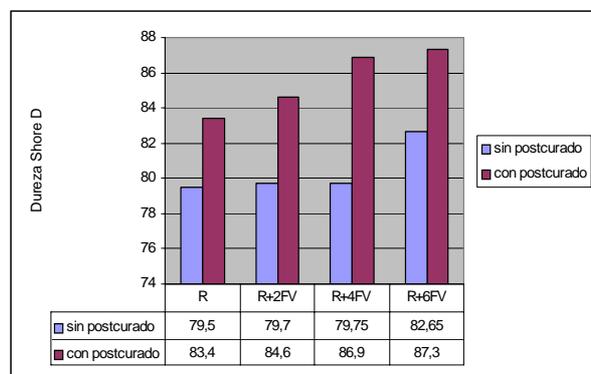
Probeta	Tracción			Flexión			Impacto			HDT		
	1	2	3	1	2	3	1	2	3	1	2	3
-ΔV (mm ³)	76,14	62,06		44,24		58,555	39,50	51,80		65,425	52,25	71,41
-Δm (g)	0,099	0,0934	0,0959	0,0406	0,0504	0,0453	0,0397	0,0302	0,0317	0,0479	0,0448	0,045

Tabla 5: Variación en masa y volumen de la resina modar 826 (sin refuerzo) + 2 capa de tejido FV (pero con una proporción de resina mayor 60,23%)
 $-\Delta V(\text{medio}) = 57,93 \text{ mm}^3$; $-\Delta m(\text{medio}) = 0,0553 \text{ g}$

3.2.- Variación dimensional (lineal, volumétrica y de masa)

El proceso de postcurado puede implicar una variación en las dimensiones y de la masa del material. Los resultados obtenidos se encuentran en las tablas 1-4 (en las que se indica la geometría de la probeta correspondiente).

Cuando se analizan los resultados obtenidos se aprecia diferencia entre las probetas reforzadas y sin reforzar para las probetas reforzadas con FV puede observarse que la contracción en volumen y la pérdida de masa son aproximadamente constantes. La pérdida de peso mayor se obtiene para la resina sin reforzar.



3.3- Ensayos de Dureza Shore D

Figura 1. Dureza Shore para los estratificados con resina modar 826 y con diferentes capas de refuerzo FV.

Los resultados obtenidos en el ensayo de dureza Shore D para las diferentes formulaciones en FV se recogen en las figura 4.

En la figura 4 se observa que el postcurado rigidifica la resina dotándola de mayor dureza superficial con respecto a las mismas formulaciones sin postcurado, como consecuencia de una eventual terminación de la reticulación y una eventual eliminación de monómero (y VOC's) que pueden actuar como plastificantes en las resinas sin postcurar.

3.4.- Resultados de impacto

Los resultados obtenidos en los ensayos de impacto Charpy para las diferentes formulaciones se encuentran

Probeta	Resina + 0 FV			Resina + 2 FV			Resina + 4 FV			Resina + 6 FV		
	1	2	3	1	2	3	1	2	3	1	2	3
Energía (J)	0,1176		0,1176	2,00	2,00	1,75	5,00	5,00	4,75		7,50	7,50
Sección (mm ²)	34,2575	39,2375	38,690	10,0225	9,880	9,090	18,7775	19,0550	18,270	24,720	24,50	24,48
Resist a impacto (J/mm ²)	0,0034		0,0030	0,1996	0,2024	0,1925	0,2663	0,2624	0,2600		0,3061	0,3064
Resit media a impacto (σ)	0,0032 2,8.10 ⁻⁴			0,1982 5,10.10 ⁻³			0,2629 3,18.10 ⁻³			0,3063 2,1.10 ⁻⁴		

Tabla 6: Resistencia a impacto Charpy de las diferentes formulaciones sin postcurar y con el refuerzo que se cita (capas FV)

Probeta	Formulación postcuradas											
	Resina + 0 FV			Resina + 2 FV			Resina + 4 FV			Resina + 6 FV		
	1	2	3	1	2	3	1	2	3	1	2	3
Energía (J)	0,0098	0,0074	0,0074	1,75	1,5	1,75	4,5	4,75	4,75	7,5	7,5	7,75
Sección (mm ²)	38,76	35,9525	36,86	7,8	7,245	7,8375	16,56	16,30p	16,83	23,69	23,115	24,745
Resist a impacto (J/mm ²)	0,00025	0,0002	0,0002	0,2244	0,2070	0,2233	0,2717	0,2914	0,2822	0,3166	0,3245	0,3132
Resit media a impacto (σ)	0,0002 2,8.10 ⁻⁵			0,2182 9,744.10 ⁻³			0,2818 9,857.10 ⁻³			0,3181 5,797.10 ⁻³		

Tabla 7: Resistencia a impacto Charpy de las diferentes formulaciones sin postcurar y con el refuerzo que se cita (capas FV)

3.5.- Ensayos de tracción

Los resultados obtenidos en los ensayos de tracción sobre los composites preparados con resinas modar sola y reforzadas con 2, 4 y 6 capas de FV se reflejan en las tablas 8 y 9

En las tablas 8 y 9 se observa que la incorporación de capas de FV primero aumenta la resistencia a tracción pero a partir de 4 capas disminuye, probablemente debido a fenómenos de delaminación causados por la

recogidos en la tabla 6 para las formulaciones sin postcurar y en la tabla 7 para las postcuradas.

Los valores de resistencia a impacto de la resina resultan ser bajas, sin embargo los valores que se obtienen para la resina reforzada con FV resultan ser superiores, lo que evidencia la buena adherencia de las fibras a la matriz polimérica. A medida que aumenta el número de capas aumenta considerablemente la resistencia a impacto, debido a que al aumentar el numero de capas de refuerzo se produce un modo de rotura de cizalla interlaminar. El comportamiento es similar en la resina postcurada, aunque resultar ser ligeramente superiores.

exotermia del proceso de curado, junto con defectos producidos durante el rodillado. El proceso de postcurado se observa que, en general disminuye la resistencia a tracción.

3.6.- Resultados de la temperatura de deflexión térmica (H.D.T)

En la tabla 10 se reflejan los resultados de la H.D.T para las diferentes formulaciones de resina modar reforzada con diferentes capas de FV

Formulación sin postcurar												
	Resina + 0 FV			Resina + 2 FV			Resina + 4 FV			Resina + 6 FV		
Probeta	1	2	3	1	2	3	1	2	3	1	2	3
Li(mm)	100,45	29,05	108,2	100,05	103,75		103,65	91,35	91,35	103,65	91,7	91,8
Lf(mm)	100,9	30,4		116,80	109,65		109,2	93,75	94,2	100,85	93,9	94,85
A(%)	0,45	4,65		16,74	5,69		5,36	2,63	3,12	5,02	2,40	3,32
At(%)	20,33	3,71	1,45	7,71	5,80		10,88	3,44	4,88	2,81	4,09	5,71
Rp (MPa)	21,53	16,06		96,02	71,28			57,72	77,67	18,2	16,18	27,53
Rp(med (MPa)	16,063			83,646 $\sigma = 17,5$								
E(MPa)	208,75	1269,9	2115,3	9750,7	2600,7		7749,9	10047	10952	7030,1	9258,4	3731,3
Emedio (MPa)	1269,9			6175,7 $\sigma = 5055,8$			8898,5 $\sigma = 1624,3$			6506,6 $\sigma = 1575,6$		

Tabla 8: Resultados de tracción de las diferentes formulaciones sin postcurar

Formulación sin postcurar												
	Resina + 0 FV			Resina + 2 FV			Resina + 4 FV			Resina + 6 FV		
Probeta	1	2	3	1	2	3	1	2	3	1	2	3
Li(mm)	78,4		91,75	78	91,15	78,4	78,2	91,35	78,3	91,55	91,55	77,85
Lf(mm)	78,6		92	87,6	92	81,7	87,75	93,45	80,45	95,3	96,4	80,9
A(%)	0,2551		0,2725	12,3077	0,9325	4,2092	12,2123	2,2989	2,7458	4,0961	5,2977	3,9178
At(%)	1,8849		1,039	12,44	2,6451	5,274	12,316	4,1058	3,984	4,4389	6,7362	3,891
Rp (MPa)	1,4482		8,2376	97,204	188,9	70,424	48,378	124,02	74,573	22,028	85,104	40,648
Rp(med (MPa)	8,238			83,814 $\sigma = 18,9$						62,876 $\sigma = 31,4$		
E(MPa)	312,06		1156,2	9026,7	10661	8464,6	7342	10837	9821,9	4856,9	5312,6	8487,8
Emedio (MPa)	1156,2			8745,7 $\sigma = 397,5$			8582 $\sigma = 1753,5$			6900,2 $\sigma = 2245,2$		

Tabla 9: Resultados de tracción de las diferentes formulaciones con postcurado

Formulación sin postcurar												
	Resina + 0 FV			Resina + 2 FV			Resina + 4 FV			Resina + 6 FV		
Probeta	1	2	3	1	2	3	1	2	3	1	2	3
T(°C)	60,1	60,2	59,9	196,0	189,4	192,2	227,1	232,9	224,6	235,3	230,7	229,8
Tmedia °C	60,1			192,5			228,2			231,9		

Tabla 10: Resultados de la temperatura de deflexión bajo carga de las diferentes formulaciones sin postcurar

Formulación postcurada												
	Resina + 0 FV			Resina + 2 FV			Resina + 4 FV			Resina + 6 FV		
Probeta	1	2	3	1	2	3	1	2	3	1	2	3
T(°C)	60,1103	99,8	101,8	179,5	173,3	183,6	230,9	226,1	211,8	238,7	249,2	242,8
Tmedia °C	101,5			178,8			219,6			243,6		

Tabla 11: Resultados de la temperatura de deflexión bajo carga de las diferentes formulaciones postcurado

Se ha observado un aumento en el H.D.T al aumentar el número de capas de FV, como ya se ha puesto de manifiesto en otras propiedades, el efecto de las primeras 2 capas de FV parece muy superior al efecto que producen las sucesivas capas.

En la resina postcurada, los valores H.D.T observados son superiores a las no postcuradas, como cabe esperar en base a una reducción en el volumen libre intermolecular debido al aumento en el grado de reticulación que ocurre durante el postcurado

4. CONCLUSIONES

De los estudios de reactividad se deduce que los sistemas curados con PMEK/octoato de Co son menos reactivos y que el CaCO₃ finamente dividido aumenta ligeramente la reactividad.

El postcurado no modifica en gran medida las propiedades pero al rigidificar la resina la dota de mayor dureza superficial con respecto a las mismas formulaciones sin postcurado, como consecuencia de una eventual terminación de la reticulación y una eventual eliminación de monómero (y VOC's) que pueden actuar como plastificantes en las resinas sin postcurar.

A medida que aumenta el número de capas aumenta considerablemente la resistencia a impacto, debido a que al aumentar el número de capas de refuerzo se produce un modo de rotura de cizalla interlaminar. El comportamiento es similar en la resina postcurada, aunque resultan ser ligeramente superiores. Sin embargo, la resistencia a tracción y la temperatura de deflexión térmica HDT aumenta cuando se ponen 2 capas de FV pero a partir de 4 capas disminuyen, quizá debido a fenómenos de delaminación causados por la exotermia del proceso de curado, junto con defectos producidos durante el rodillado.

AGRADECIMIENTOS: Los autores agradecen el apoyo económico de UPV-EHU y del Gobierno Vasco

5. BIBLIOGRAFÍA

1. RICHARDSON, B.; LOKENSG, S "Industria del plástico"; Ed. Paraninfo, pp.2-5 (1999).
2. STRONG, A.B.; "Plastics: Materials and Processing". Ed. Prentice Hall, Englewood Cliffs, pp.13-14 (1996)
3. GONZALEZ DIEZ, J.L.; "Materiales compuestos. Tecnología de los plásticos reforzados" Fondo Editorial de la Ingeniería naval, pp.23-27 (1995)
4. TADMOR, Z.; GOGOS, C.G.; "Principles of Polymer Processing" Wiley-Interscience Publ. Pp.22,23 (1979)
5. VALEA, A.; GONZALEZ, M.L.; "Monografías Científicas del Curso Postgrado de Ingeniería de Materiales". EUITI Bilbao (1998)
6. ROTHEISER, J.; "Joining of plastics. Handbook for designers and Engineers" Hanser Publishers, pp.8-11 (1999)
7. DYM, J.B.; "Product design with plastics: A practical manual" Industrial Press Inc. pp.11-14 (1983)
8. MARK, H.; PROSKAUER, E.S.; "The science of plastics" Interscience Publishers, pp.17-19 (1958)
9. ROSATO, D.V.; "Designing with reinforced composites: Technology, performance, economics" Hanser Publishers, pp.24-25 (1997)
10. PARRILLA, F.; "Resinas poliéster, plásticos reforzados". Ed. La Ilustración, pp.31 (1993)
11. FRANCO GIMENO, J.M.; MARTIN SANJOSE, J.; "Ensayos destructivos para industria y construcción" Prensas Universitarias de Zaragoza, pp.7 (1999)
12. LUCHESI, D.; "Ensayos Tecnológicos" Ed. Labor, pp.14-16 (1973).

COMPORTAMIENTO MECÁNICO DE ESPUMAS CERÁMICAS DE SiC

M. Presas, J.Y. Pastor, J. Llorca

Departamento de Ciencia de Materiales, E.T.S. de Ingenieros de Caminos,
Canales y Puertos, Universidad Politécnica de Madrid, C/ Profesor Aranguren s/n,
28040 Madrid, España.

E-mail: mpresas@mater.upm.es

Tfno: 913365240. Fax: 913366680

RESUMEN

Las espumas cerámicas de SiC, Duocel SiC, fabricadas por ERG (Oakland, California) presentan una microestructura celular de celdas abiertas constituida por una red tridimensional de barras interconectadas de carburo de silicio. El resultado es un material ligero, con buenas propiedades mecánicas específicas, altamente poroso y con una superficie de contacto elevada. Además, por ser el material de la matriz un cerámico (SiC) sus propiedades mecánicas se conservan a alta temperatura. Estas propiedades son particularmente útiles en aplicaciones que requieren porosidad interconectada (catalizadores, filtros, intercambiadores de calor, colectores solares...).

En este trabajo se estudian las propiedades mecánicas (módulo de elasticidad, resistencia a flexión y tenacidad de fractura) del Duocel SiC a temperatura ambiente. Se han caracterizado diferentes tipos de espumas de SiC variando dos parámetros microestructurales: densidad relativa y tamaño de poro y se han estudiado tres densidades relativas nominales: 5%, 15% y 25%. Los tamaños de poro de las espumas estudiadas han sido de 45, 60 y 100 PPI (poros por pulgada), evaluándose también la relación entre el comportamiento mecánico del material y su microestructura.

ABSTRACT

Silicon carbide ceramic foams, Duocel SiC, fabricated by ERG (Oakland, California) have an open-celled cellular microstructure made from a three-dimensional latticework of interconnected silicon carbide ligaments. The result is a lightweight material, with good specific mechanical properties, highly porous and with high surface area. Furthermore, as the matrix material is a ceramic (SiC) its mechanical properties are kept up to high temperature. These properties are especially useful in applications where interconnected porosity is required (catalysts, filters, heat exchangers, solar collectors...).

In this work Duocel SiC mechanical properties (elastic modulus, flexural strength and fracture toughness) are studied, at ambient temperature. Different kinds of SiC foams have been characterized varying two microstructural parameters: relative density and pore size. Three nominal relative densities have been studied: 5%, 15% and 25%. Pore sizes studied have been 45, 60 and 100 PPP (pores per inch). Relationship between SiC foam mechanical behavior and microstructure is also assessed.

ÁREAS TEMÁTICAS PROPUESTAS: Fractura de Cerámicos y Polímeros.

PALABRAS CLAVE: espuma, SiC, propiedades mecánicas.

1. INTRODUCCIÓN

El carburo de silicio (SiC) es un material relativamente nuevo en aplicaciones tecnológicas e industriales. Este material posee propiedades físicas que en conjunto lo convierten en uno de los mejores candidatos para aplicaciones estructurales a alta temperatura. Entre estas propiedades destacan: alta dureza (dureza Mohr 13, el diamante tiene 15), gran resistencia a alta temperatura (resistencia a compresión a 1200°C de 340 MPa), alta conductividad térmica (0.15 cal/Omsk), bajo coeficiente de expansión térmica ($4.3 \times 10^{-6} \text{ K}^{-1}$) y buena resistencia al desgaste y a la abrasión [1-3].

Las propiedades de este material cerámico hacen que se use en la actualidad en multitud de aplicaciones: juntas mecánicas, válvulas... (componentes resistentes a la abrasión y a la corrosión); ventiladores cerámicos, elementos de calentamiento... (componentes resistentes a la temperatura); ... [4,5].

Por otra parte, los materiales celulares [6] poseen una microestructura que está formada por una red interconectada de barras sólidas o láminas. Este tipo de estructura interna les proporciona una serie de propiedades mecánicas muy ventajosas para distintas aplicaciones tecnológicas. Entre aquéllas destacan sus elevadas propiedades específicas y su gran capacidad de

absorción de energía en impacto. Además, los materiales celulares de celda abierta presentan, a nivel microestructural, una porosidad interconectada. Esta característica los hace útiles en aplicaciones tales como: filtros, intercambiadores de calor [7-10]...

En este trabajo se realiza un estudio de las propiedades mecánicas de las espumas de SiC Duocel a temperatura ambiente. Este estudio es necesario como base de partida para poder analizar posteriormente la evolución del comportamiento mecánico de este tipo de materiales con la temperatura. En este trabajo se pretenden analizar y comprender los micromecanismos de rotura del material.

Para poder evaluar la influencia de la microestructura de las espumas en su comportamiento mecánico se estudian dos tipos de parámetros microestructurales: densidad relativa y número de poros por unidad de longitud. La densidad relativa está relacionada con el espesor de las barras de SiC, mientras que el número de poros por unidad de longitud está relacionado con el tamaño de las celdas del material.

2. MATERIALES

Se han caracterizado nueve microestructuras diferentes, resultado de combinar las tres posibilidades de variación de los dos parámetros microestructurales que cambian de una espuma de SiC a otra. Se han elegido tres densidades relativas nominales: 5%,15% y 25%. Los tamaños de poro de las espumas caracterizadas han sido de: 45, 60 y 100 PPI (poros por pulgada). Por tanto, tenemos nueve espumas distintas en lo que a comportamiento mecánico se refiere, puesto que éste viene determinado por su microestructura.

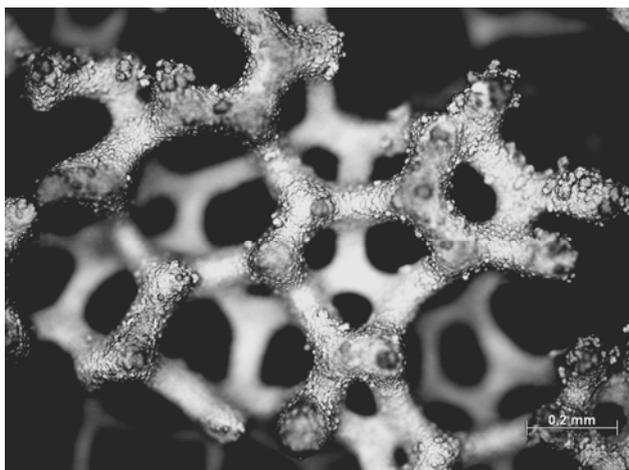


Figura 1. Espuma de SiC de 60 PPI y densidad relativa nominal 5%.

Las nueve espumas se enumeran en la Tabla 1. En la primera columna se muestra el código que usaremos para designar la espuma de aquí en adelante, en la segunda el número de poros por pulgada (PPI) y en la tercera el valor de la densidad relativa nominal.

Código Espuma	PPI	Densidad relativa nominal
45-5	45	5%
45-15	45	15%
45-25	45	25%
60-5	60	5%
60-15	60	15%
60-25	60	25%
100-5	100	5%
100-15	100	15%
100-25	100	25%

Tabla 1. Espumas caracterizadas.

En las figuras 1 y 2 se observan las microestructuras correspondientes a dos tipos de espumas de SiC.

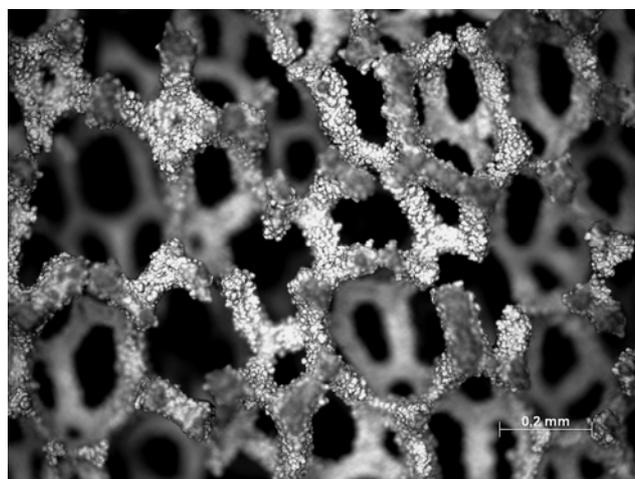
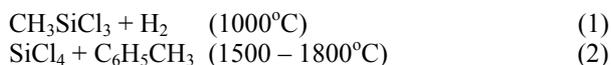


Figura 2. Espuma de SiC de 100 PPI y densidad relativa nominal 5%.

Todas las espumas fueron realizadas por la empresa ERG (Oakland, California) con el mismo proceso de fabricación. Este proceso es objeto de una patente, si bien haremos una definición de las líneas generales del mismo con los datos de que disponemos en la bibliografía [11-13]. El material de partida es una espuma de poliuretano reticulada que se estabiliza con oxígeno gaseoso para evitar que la estructura colapse o se reblandezca durante el proceso. Como alternativa la espuma podría sumergirse en una solución de alcohol (poli)vinílico a 80°C. La posterior evaporación del agua de la solución recubre los ligamentos con una fina capa de alcohol (poli)vinílico que no reacciona ni se disuelve en el agente impregnante del paso siguiente. Posteriormente los ligamentos se recubren con una solución diluida de resinas fenólicas en alcohol etílico. Después de secar el disolvente de la espuma, se cura la resina fenólica. Variando la estructura de la espuma de partida (número total de celdas por línea, ancho de los ligamentos...) y variando el proceso de recubrimiento se pueden obtener espumas con distintas propiedades (densidad, resistencia, porosidad, etc.) Finalmente, la espuma de poliuretano recubierta se piroliza para convertirla en una espuma de carbono típicamente

denominada espuma de carbono vítreo reticulado (RVC, reticulated vitreous carbon foam). Esta espuma de carbono es recubierta con SiC mediante la técnica de CVD (Chemical Vapor Deposition) o CVI (Chemical Vapor Infiltration). El CVI es una variante del CVD. Éste implica deposición sobre una superficie, mientras que aquél implica deposición dentro de un cuerpo. Ambos procesos utilizan los mismos equipos pero cada proceso tiene unas condiciones diferentes de presión, flujo de gas... El esqueleto de carbono es calentado hasta la temperatura de deposición adecuada (por encima de los 1000°C) y se pasa un compuesto gaseoso a través del cuerpo caliente. El gas es reducido o se descompone en la superficie de carbono a lo largo de la estructura interna de la espuma de acuerdo con la expresión (1) o (2) para dar lugar a un recubrimiento uniforme de SiC.



3. TÉCNICAS EXPERIMENTALES

La densidad y los módulos de elasticidad de los tres materiales se obtuvieron sobre las placas originarias. La densidad real se midió a partir de las dimensiones de las placas y su masa. El módulo de elasticidad dinámico longitudinal y de flexión se determinaron a temperatura ambiente midiendo cinco veces las frecuencias fundamentales de vibración de las placas en modo longitudinal, de flexión y de torsión, respectivamente. (Grindosonic MK4i, JW Lemmens).

Todos los ensayos mecánicos se realizaron en una máquina servo-hidráulica (8501 Instron) sobre probetas prismáticas utilizando un dispositivo de flexión en tres puntos. Las probetas para los ensayos de fractura se entallaron hasta el 50% del canto. El 40% del canto se entalló con un disco de diamante de 0.5 mm de espesor realizando la entalla correspondiente al 10% restante (fondo de entalla) mediante una cortadora de hilo de diamante de 0.3 mm de diámetro. La carga aplicada se midió con células de carga de ±5kN, ±1 kN, ±250N y ±100 N en función de la carga de rotura de las probetas ensayadas. La flecha en el centro se midió con un LVDT de ±1mm de recorrido.

Todos los ensayos se realizaron manteniendo constante la velocidad de desplazamiento del actuador, que fue de 50 µm/min.

Las dimensiones de las probetas ensayadas se determinaron teniendo en cuenta que el número mínimo de celdas de la dimensión menor de las mismas debe ser 30 para que no existan efectos de borde. Así, las probetas ensayadas a flexión para el material de 45 PPI, fueron prismáticas de dimensiones 18x18x160 mm. Para el material de 60 PPI los ensayos de flexión se llevaron a cabo sobre probetas de 13x13x115 mm y para el material de 100 PPI sobre probetas de 8x8x69 mm. Las mitades resultantes de las probetas ensayadas a

flexión se ensayaron para determinar la tenacidad de fractura (mediante ensayos de flexión en tres puntos). Las dimensiones de las mismas para los materiales de 45 PPI, 60 PPI Y 100 PPI respectivamente fueron: 18x18x80 mm, 13x13x57 mm y 8x8x34 mm. A su vez las mitades resultantes de los ensayos de tenacidad de fractura se usaron para determinar la resistencia a compresión del material. Las dimensiones de las probetas para los materiales de 45, 60 y 100 PPI respectivamente fueron: 18x18x36 mm, 13x13x26 y 8x8x16 mm.

Los extremos de las probetas de compresión tuvieron que embutirse en una resina epoxy. El motivo fue que el material se deshacía en los ensayos de compresión por los extremos, porque la superficie útil de aplicación de la carga era muy reducida al llegar a los bordes de las probetas extremos de barras pertenecientes a la estructura cerámica interconectada. El número de hileras de celdas embebidas en la dirección longitudinal (dirección de aplicación de la carga) en cada extremo de las probetas fue de 3. De este modo se garantiza que la resistencia a compresión obtenida es la real.

Se utilizó un microscopio de larga distancia focal (Questar) para estudiar *in situ* los micromecanismos de fractura de los materiales en el fondo de la entalla en función del nivel de carga aplicado. El microscopio se conectó a un monitor de video y a un sistema de grabación de imagen.

Finalmente, las superficies de fractura de las probetas ensayadas se analizaron en un microscopio electrónico de barrido (JEOL JSM 6300).

4. RESULTADOS Y DISCUSIÓN

4.1. Caracterización preliminar. Densidad y módulo de elasticidad.

Las densidades reales en valor absoluto y relativo de los distintos materiales se han recogido en la Tabla 2, junto con la desviación típica de la media de las medidas.

Material	ρ (g/cm ³)	ρ relativa (%)
45-5	0.2457±0.0008	7.650
45-15	0.478± 0.001	14.9
45-25	0.847± 0.002	26.4
60-5	0.2652± 0.0007	8.26
60-15	0.625± 0.002	19.5
60-25	0.930± 0.003	29.0
100-5	0.306± 0.004	9.50
100-15	0.494± 0.002	15.4
100-25	0.864± 0.003	26.9

Tabla 2. Tabla de densidad real y densidad relativa para las espumas caracterizadas.

Con el objeto de mostrar más claramente la variación de la densidad real relativa dentro del mismo tamaño de celda (PPI) y la interrelación entre estos dos parámetros se muestran en la figura 3 las densidades reales para 45, 60 y 100 PPI.

En la figura 4 se muestra la variación del módulo de elasticidad dinámico de flexión (E Flex) y longitudinal (E Long) con la densidad real de las espumas de carburo de silicio.

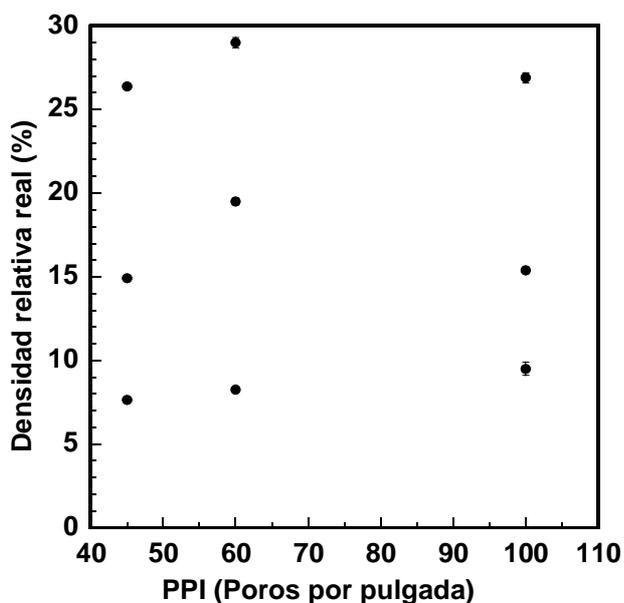


Figura 3. Densidad de cada tipo de material para cada número de poros por pulgada (PPI)

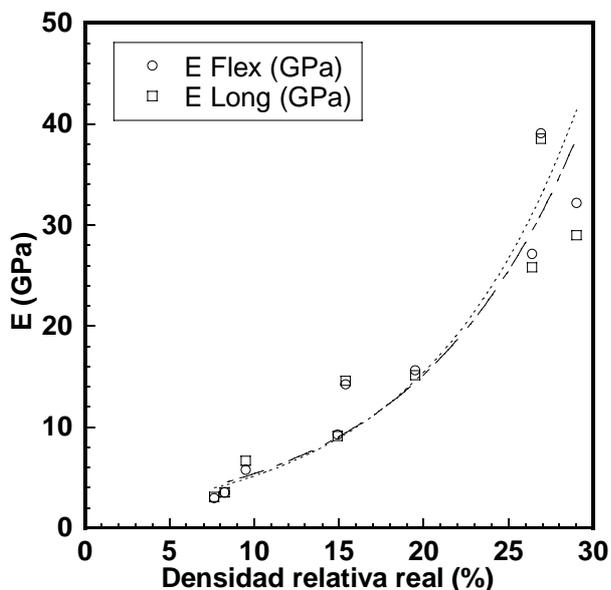


Figura 4. Variación del módulo de elasticidad con la densidad real de las espumas.

4.2. Comportamiento mecánico. Influencia de la densidad y del tamaño de celda.

En las figuras 5 y 6 se muestran la evolución de la resistencia a flexión y de la tenacidad de fractura con la densidad real para cada material.

Del análisis de estas figuras se desprende una fuerte dependencia de las propiedades mecánicas de las espumas con la densidad de las mismas. En general, al aumentar la densidad aumenta la resistencia mecánica de la espuma y su tenacidad, ya que al aumentar la densidad aumentamos la sección de las barras de SiC que componen la microestructura. De este modo aumenta el módulo resistente de cada sección y disminuye por tanto la tensión máxima alcanzada en ella. Como la fractura del material se produce al ir rompiendo cada barra al alcanzarse su tensión máxima, el aumento de la densidad del material provoca un aumento de la resistencia a flexión y de la tenacidad de fractura de la espuma.

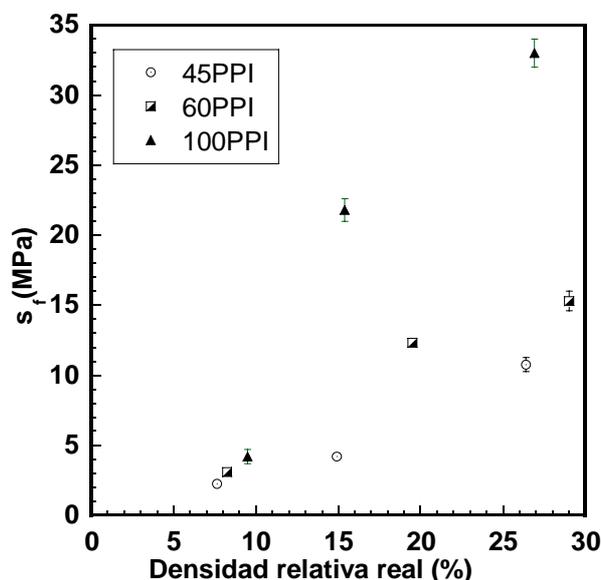


Figura 5. Variación de la resistencia a flexión con la densidad del material para los tres tamaños de celdas analizados.

No obstante, como se desprende de las figuras 5 y 6 la densidad no es el único factor que determina el comportamiento mecánico de las espumas a temperatura ambiente. La resistencia a flexión se multiplica por tres al pasar de 45 PPI ($\rho_{relativa} = 25.8\%$) a 100 PPI ($\rho_{relativa} = 26.9\%$), habiéndose producido sólo un incremento de la densidad relativa del 1%. Esta misma tendencia se observa para la tenacidad de fractura. Por tanto, para densidades similares el tamaño de celda determina las propiedades mecánicas del material.

El motivo de este incremento en las propiedades mecánicas del material al aumentar el número de poros por pulgada podría ser la mayor esbeltez de las barras de las espumas con menor tamaño de celda. Posteriores

análisis fractográficos y topológicos nos permitirán validar esta hipótesis.

Las espumas de SiC presentan un tipo de microestructura cuyo mecanismo de deformación predominante es el de flexión (Bending-Dominated Structures). Esta microestructura está caracterizada por la baja conectividad en las uniones (el número de barras que confluyen en cada unión es bajo) tal como se observa en las figuras 1 y 2. La topología de las celdas hace que las barras flecten cuando la estructura se carga. Si aumenta la esbelteza de cada barra la resistencia a flexión de la sección aumenta y, por deformarse la estructura a flexión principalmente, aumenta el valor de las propiedades mecánicas del material (resistencia a flexión y tenacidad de fractura).

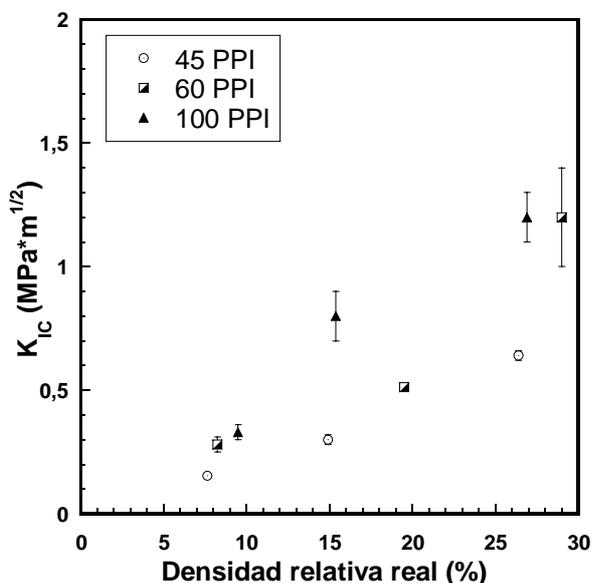


Figura 6. Variación de la tenacidad de fractura con la densidad de las espumas.

Los resultados de los ensayos de compresión a temperatura ambiente nos permitirán completar la caracterización mecánica a temperatura ambiente de las espumas.

Del análisis fractográfico de las probetas ensayadas se desprende que la rotura de las barras de la microestructura de las espumas es frágil. En la figura 7 se observa una barra de la microestructura rota durante un ensayo de tenacidad de fractura del material 45-25. La superficie de fractura de la barra es lisa, como corresponde a una rotura frágil. Este aspecto de la superficie de fractura coincide con la información de las curvas fuerza-desplazamiento de los ensayos, que son lineales hasta rotura.

En la figura 7 también se observa que en el centro de la barra existe una zona de carbono (zona más oscura). Esta zona de carbono central se observa en todas las barras de la microestructura al analizar las superficies de fractura y corrobora el método de fabricación expuesto al principio de este trabajo (cuya descripción

fue obtenida de referencias bibliográficas). En futuros análisis del material se confirmará con la técnica de EDS que este núcleo es de carbono.

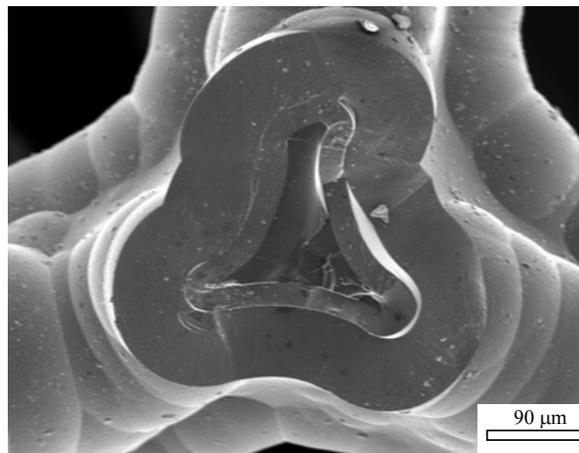


Figura 7. Fractografía de una probeta de 45-15. Ensayo de tenacidad de fractura. $K_{IC} = 0.669 \text{ MPa} \cdot \text{m}^{1/2}$.

Otros factores como el método de fabricación (el tipo de polímero de partida, su topología...), el mecanismo de reacción dominante en la formación del SiC... pueden estar contribuyendo al aumento de las propiedades mecánicas del material al disminuir el tamaño de celda. Se hará un estudio futuro exhaustivo sobre la topología de las celdas y los distintos factores que contribuyen a mejorar las propiedades mecánicas del material.

5. CONCLUSIONES

Se ha estudiado el comportamiento mecánico a temperatura ambiente de espumas de SiC fabricadas por ERG. Los parámetros microestructurales que se han variado han sido la densidad relativa nominal (5, 10 y 15%) y el tamaño de celda (45,60 y 100PPI). La densidad relativa real y el módulo de elasticidad de los nueve tipos de espumas caracterizados varían de 5% a 30% y de 3 a 40 GPa respectivamente.

La resistencia a flexión y la tenacidad de fractura aumentan al incrementarse la densidad real del material. Sin embargo, para densidades similares, el valor de las propiedades mecánicas llega a triplicarse al aumentar el número de poros por pulgada. Este incremento tan notable de la resistencia a flexión y de la tenacidad de fractura al disminuir el tamaño de celda podría ir asociado a un aumento de la esbelteza de las barras de la microestructura.

La rotura del material es frágil, como se desprende de las fractografías de los ensayos. Asimismo el análisis fractográfico muestra la existencia de un núcleo central, muy probablemente de carbono. Futuros análisis EDS corroborarán la composición de este núcleo.

6. REFERENCIAS

- [1] Ureña, A.; Otero, E.; Utrilla, M.V.; Rodrigo, P. *Mecanismos de corrosión en materiales compuestos de matriz de aluminio con refuerzo de SiC*. Bol. Soc. Esp. Ceram. V., **43 (2)**, 233-236 (2004)
- [2] Silva, R.F.; Berlinov, H.H. *Sinterización de nuevos materiales compuestos de SiC aglomerados con fosfatos para la fabricación de muelas abrasivas*. Bol. Soc. Esp. Ceram. V, **43 (2)**, 259-262 (2004)
- [3] Soniya, S; Inomata, Y. *Silicon carbide ceramics-I*. ISBN 1-85166-560-9
- [4] Aparicio, M.; Durán, A. *Materiales compuestos C/SiC para aplicaciones estructurales a alta temperatura. Parte I: Estabilidad termodinámica y química*. Bol. Soc. Esp. Ceram., **39 (6)**, 687-698 (2000)
- [5] Yamada, K.; Morí, M. *Properties and applications of SiC ceramics*, en *Silicon carbide ceramics*, pp. 13-44, Elsevier Applied Science, ISBN 1-85166-560-9 (1991)
- [6] Gibson, L.J.; Ashby, M.F. *Cellular Solids: Structure and Properties*. Pergamon Press (1988)
- [7] Sepulveda, P.; Binner, J.G.P. *Processing of cellular ceramics by foaming and in situ polymerization of organic monomers*. J. Eur. Ceram. Soc. **19**, 2059-2066 (1999)
- [8] Smith, R.T.; Sambrook, R.M.; Binner, J.G.P. *Mater. Res. Soc. Symp. Proc.* **371**, 279 (1995)
- [9] Rice, R.W., Editor; *Porosity of ceramics*, NY: Marcel Dekker Inc, p. 495 (1998)
- [10] Nettleship I. *Key Engineer Mater.* **305**, 122-124 (1996)
- [11] Labuhn D. *Assessment of potential use of Cellular Materials for Space Application*. **CMSA-OHB-RP-001**, 62-71 (2005)
- [12] Gallego, N.C.; Klett, J.W. *Carbon foams for thermal management*. *Carbon*, **41**, 1461-1466 (2003)
- [13] Scheffler, M.; Colombo, P. *Cellular ceramics*. Wiley-Vch (2005)

INFLUENCIA DE LAS TENSIONES RESIDUALES EN EL COMPORTAMIENTO CURVA R DE LOS MATERIALES CERÁMICOS LAMINADOS

J. Gurauskis, A. J. Sánchez-Herencia, C. Baudín *
Instituto de Cerámica y Vidrio (CSIC). C/Kelsen 5, 28049, Madrid.

RESUMEN

En los materiales cerámicos laminados diseñados con reforzamiento por tensiones residuales de compresión en las capas externas se observa el comportamiento curva R. Para determinar cómo influyen las tensiones residuales sobre el comportamiento curva R y cuál es el origen de este comportamiento, se fabricaron dos estructuras laminadas del sistema $Al_2O_3/YTZP$. El diseño de estructuras fue seleccionado de tal modo que las capas externas, del mismo espesor, estuvieran sometidas a dos niveles diferentes de tensiones residuales de compresión.

Para caracterizar el comportamiento mecánico de los materiales laminados obtenidos, se utilizaron ensayos de fractura en 4 puntos de las probetas con indentaciones (ISB). Análisis de distribución de tensiones residuales y datos de ensayos mecánicos, han permitido identificar que el comportamiento curva R se debe, en parte, a una distribución heterogénea de las tensiones residuales a través de las capas externas.

ABSTRACT

R-curve behaviour is observed in laminated ceramic structures reinforced with compressive residual stress in the outer layers. In order to determine the influence of these residual stresses to the R-curve behaviour, two laminated structures in the $Al_2O_3/YTZP$ system were fabricated with residual stresses of different magnitude.

Indentation strength tests in bending (ISB) were used to characterise the mechanical behaviour of the obtained structures. Residual stress analysis and results from the mechanical characterisation showed that the main reason of the observed R-curve behaviour is the distribution of residual stresses within the outer layers of the structure.

ÁREAS TEMÁTICAS PROPUESTAS: Fractura de Materiales Compuestos

PALABRAS CLAVE: Cerámica, Laminados, Curva R..

1. INTRODUCCIÓN

Los materiales cerámicos presentan una excelente resistencia al desgaste, estabilidad química y dureza. Pero, debido a enlaces de tipo covalente o tipo iónico, presentan paralelamente un comportamiento frágil [1]. Teniendo esto en cuenta, se puede destacar que la integridad estructural de los materiales cerámicos está predeterminada por la presencia de defectos que actúan como iniciadores de la fractura. El intento de mejora del comportamiento mecánico de materiales cerámicos basado en la optimización de las condiciones de procesamiento para evitar la formación de los defectos [2] es difícil de escalar a la industria [3]. Por lo tanto, emergieron nuevos conceptos de reforzamiento de materiales cerámicos para aplicaciones estructurales [3-5]. Uno de ellos, copiado de la propia naturaleza [6], es el concepto basado en la estructura laminar de compuestos. Los compuestos laminados consisten en capas alternas que presentan distintas propiedades mecánicas. Este tipo de estructura

permite la activación, tanto nivel microestructural como macroestructural, de mecanismos de reforzamiento, que puede resultar en un aumento de tenacidad (K_{IC}) y tensión de fractura (σ_f) de manera simultánea [3-5]. La combinación de materiales más comúnmente utilizada dentro de los compuestos laminados es la de alúmina con circonia [5, 7-14]. En este sistema se puede obtener refuerzo tanto a nivel microestructural, derivado de la transformación martensítica de la circonia, como macro, mediante el desarrollo de capas con distintos niveles de deformación térmica [15, 16]. Además, la presencia de YTZP como segunda fase compatible en la matriz de alúmina actúa como inhibidor de crecimiento de grano [17], lo cual puede resultar en valores de tensión de fractura más altos como resultado de tamaños de defectos menores [18]. El uso de distintas proporciones de fases las distintas capas resulta en variaciones dimensionales diferentes entre ellas y, en consecuencia, la activación en la estructura laminar a escala macroestructural el mecanismo de

* cbaudin@icv.csic.es
Tel: +34-917 355 840
Fax: +34- 917 355 843

reforzamiento basado en las tensiones residuales. El beneficio de la presencia de las tensiones residuales de compresión en las capas exteriores de los materiales cerámicos ha sido demostrado en varias investigaciones [3-5, 7-14]. Así, Chartier y col.[5] afirmaron que la presencia de tensiones residuales resultaba en un aumento de tensión de fractura (σ_f) hasta 560 MPa y tenacidad (K_{IC}) hasta 8 MPa \sqrt{m} para materiales de alúmina-circona. Además del incremento de tensión de fractura, Lakshminarayanan y col. [9] observaron por primera vez el comportamiento curva R para este tipo de estructura laminada. Posteriormente, hubo investigaciones que analizaron con más detalle el comportamiento curva R en los sistemas cerámicos laminados [12, 14, 19, 20]. Sin embargo, estos trabajos no presentan resultados claros que permitan determinar la razón de la presencia de comportamiento curva R y la influencia de la magnitud de tensiones residuales en este comportamiento.

El objetivo del presente trabajo es determinar la influencia de las tensiones residuales en el comportamiento curva R para materiales laminados con capas externas con tensiones de compresión. Para ello se fabricaron materiales cerámicos laminados de sistema $Al_2O_3/YTzP$ con tensiones residuales de distinta magnitud en las capas de exteriores de espesor fijo y se analizó su comportamiento mecánico comparando con el de materiales monolíticos de la misma composición que las capas constituyentes de los materiales laminados.

2. EXPERIMENTAL

2.1. PREPARACIÓN DE LOS MATERIALES

Las cintas para la fabricación de las estructuras laminadas se obtuvieron a partir de suspensiones estables en base acuosa con polvos de alta pureza $\alpha-Al_2O_3$ (Condea HPA 0.5, EEUU) e Y-TZP (TZ3YS, TOSOH, Japon). Dos composiciones, 95 %vol. de $\alpha-Al_2O_3$ y 5 %vol. de Y-TZP (nombrado A-5) y 60 %vol. de $\alpha-Al_2O_3$ y 40 %vol. de Y-TZP (nombrado A-40), fueron seleccionadas. La dispersión de las suspensiones se realizó con un polielectrolito (Dolapix CE 64, Zschimmer & Schwarz, Alemania) utilizando 0.8 y 0.7 % en peso de los polvos para las suspensiones A-5 y A-40, respectivamente. Como aglomerante se utilizó una emulsión de látex (DM-765, Celanese, España) con un contenido de los polvos del 5 % en peso. Después del secado (60°C durante 48 h), las cintas se apilaron para formar muestras con estructuras monolíticas y laminadas y se prensaron aplicando un nuevo método de procesamiento [21, 22] a temperatura ambiente con una presión de 18 MPa.

A partir de las piezas obtenidas se fabricaron probetas ($\approx 50 \times 7 \times 4.1 \text{ mm}^3$) y posteriormente la

superficie fue rectificada con papel de carburo de silicio SiC. La eliminación de orgánicos se realizó aplicando un tratamiento térmico con una velocidad de subida de 1°C/min hasta 600°C y con una parada de 30 min e inmediatamente después se procedió a la sinterización mediante un tratamiento isotérmico de 2h a 1550°C (velocidad de calentamiento y enfriamiento de 2°C/min).

Las probetas sinterizadas se rectificaron para obtener las muestras con una geometría final deseada ($40 \times 4 \times 3 \text{ mm}^3$). Las superficies de las probetas, que se utilizaron en las indentaciones, se pulieron utilizando pasta de diamante de 9, 6 y 3 μm sucesivamente y las aristas de las probetas fueron biseladas después del pulido.

2.2. CARACTERIZACIÓN DE LOS MATERIALES

La densidad de los compuestos monolíticos, en verde y sinterizados, se determinó por el método Arquímedes en mercurio y agua destilada, respectivamente (Norma EN 1389:2003). Las densidades relativas en verde fueron calculadas como el porcentaje de la densidad teórica calculada para la composición estudiada, utilizando 3.99 gr/cm³ para $\alpha-Al_2O_3$ (ASTM 42-1468) y 6.10 gr/cm³ para YTzP (ASTM 83-113). Las curvas dilatométricas durante la sinterización se determinaron utilizando muestras en verde ($5 \times 5 \times 4 \text{ mm}^3$) de cada una de las composiciones consideradas, utilizando un dilatómetro (Setaram, Setsys-16/17, Francia) con un soporte de alúmina y fueron corregidas para la expansión de alúmina. A partir de estas curvas se determinó la deformación real de los monolíticos (entre 1200 y 25°C) durante el enfriamiento desde la temperatura de sinterización.

Las propiedades elásticas fueron determinadas usando la técnica basada en la medida de la frecuencia de resonancia del material (IET) con un equipo "GrindoSonic MK5" (J.W.Lemmens, Bélgica). A partir de los valores de las frecuencias detectadas, las dimensiones y densidades de las muestras se calcularon los valores del módulo de elasticidad, el módulo de cizalla y el coeficiente de Poisson [23].

Los ensayos de fractura de flexión en cuatro puntos (Norma EN 843-1:1995, 15-30 mm) se efectuaron con un equipo universal de ensayos mecánicos (Microtest, España). La carga se aplicó con una velocidad de 0.05 mm/min. Antes del ensayo, se realizaron tres indentaciones Vickers (con una distancia de 2.5 mm entre ellas) en la cara de la probeta sometida a tensión, orientando uno de los planos de la grietas perpendicularmente hacia la eje mayor de la probeta. Las indentaciones se hicieron con una velocidad de carga 0.01 mm/s hasta la carga máxima con un tiempo de espera de 10 s a la carga máxima, utilizando cargas de 10 – 300 N para probetas

Material	$\rho_{\text{sinterizado}}$		Módulo de elasticidad (GPa)	Módulo de cizalla (GPa)	Coeficiente de poisson	$\Delta\varepsilon _{1200-25^\circ\text{C}}$
	(g/cm ³)	(%, $\rho_{\text{th.}}$)				
A-5	4.03 ^{±0.02}	98.7 ^{±0.1}	389 ^{±4}	155 ^{±2}	0.25 ^{±1}	0.91
A-40	4.79 ^{±0.01}	99.2 ^{±0.1}	309 ^{±2}	121 ^{±2}	0.26 ^{±1}	

Tabla 1. Propiedades de las estructuras monolíticas obtenidas.

monolíticas y 10 – 400 N para probetas laminadas. La medida de los tamaños de las grietas de indentación se realizó mediante microscopía óptica en un periodo no superior a 15 min después de la indentación. Para cada punto de la carga de indentación se realizaron dos ensayos con probetas monolíticas y un ensayo con probeta laminada, además se realizaron tres ensayos de flexión para cada composición con las probetas sin indentación. El cálculo de tensión de fractura (σ_f) se realizó con la ecuación general de flexión de materiales elásticos (Norma EN 843-1:1995). El valor de tensión de fractura se corrigió para las muestras que presentaron el origen de la fractura en el interior con la distancia hasta la superficie de la probeta.

Los valores de la dureza Vickers (H_V) se calcularon a partir del tamaño de las huellas obtenidas con las cargas de 50 y 100 N:

$$H_V = \frac{P}{A} \quad (1)$$

donde: P es la carga de indentador y A es la área de contacto en función de penetración.

3. RESULTADOS Y DISCUSIÓN

En la Tabla 1 se muestran las propiedades de los materiales monolíticos obtenidos. Los valores del error para todas las propiedades definidas son desviación estándar. A partir de estas propiedades se puede evaluar la magnitud y el signo de las tensiones residuales (σ_R) desarrolladas en estructuras laminadas utilizando el modelo simplificado de la placa simétrica formada por las capas constituyentes y con una distribución biaxial uniforme de la tensión en cada capa [5]. En este caso, las tensiones desarrolladas en la estructura laminada fabricada utilizando dos tipos de capas, A-5 y A-40, serían:

$$\sigma_{A-5} = -\frac{\Delta\varepsilon E'_{A-5}}{1 + \frac{E'_{A-5} n_{A-5} h_{A-5}}{E'_{A-40} n_{A-40} h_{A-40}}} \quad (2)$$

$$\sigma_{A-40} = -\sigma_{A-5} \frac{n_{A-5} h_{A-5}}{n_{A-40} h_{A-40}} \quad (3)$$

donde: $\Delta\varepsilon$ es la diferencia de deformación unitaria entre las capas:

$$\Delta\varepsilon = \varepsilon_{A-40} - \varepsilon_{A-5}|_{1200-25^\circ\text{C}} \quad (4)$$

$n_{A-5, A-40}$ y $h_{A-5, A-40}$ son el número y espesor de las capas, respectivamente, y $E'_{A-5, A-40}$ es el módulo de elasticidad reducido:

$$E'_i = \frac{E_i}{1 - \nu_i} \quad (5)$$

donde ν es el coeficiente de Poisson.

Aplicando las ecuaciones 2-3 se diseñaron dos estructuras laminadas (Fig.1), L_1 y L_2 , con tensiones residuales de compresión en las capas exteriores.

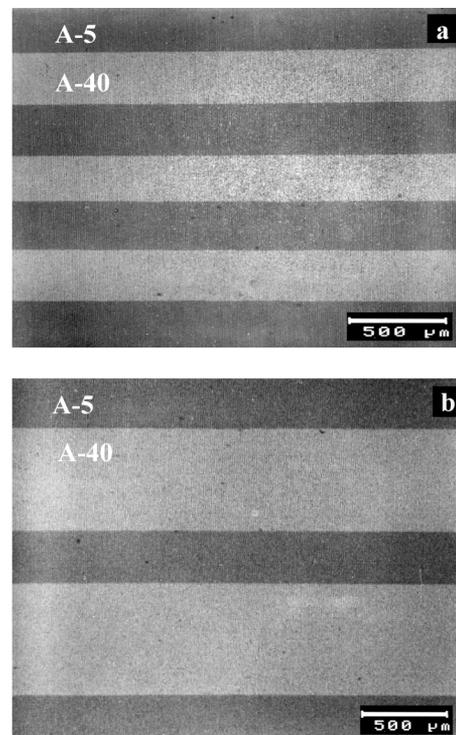


Figura 1. Micrografías MEB de sección transversal de las estructuras laminadas; (a) - laminado L_1 , (b) - laminado L_2 .

La combinación de capas externas de espesor fijo ($\approx 480 \mu\text{m}$) para ambas estructuras con capas internas de diferente espesor resultó en la formación de las tensiones residuales de distinta magnitud. Los valores calculados de la magnitud de las tensiones residuales en la capa exterior de A-5 son $\sigma_{R,L1} = 160 \text{ MPa}$ y $\sigma_{R,L2} = 260 \text{ MPa}$ para estructuras L_1 y L_2 , respectivamente.

Con objeto de verificar los niveles de tensiones residuales (σ_R) esperadas en los laminados, se

utilizo el método propuesto por Green y col. [12, 14] de cálculo de σ_R a partir de las diferencias entre las grietas formadas en las capas de las estructuras laminadas, en presencia de un campo de σ_R uniforme, y en materiales monolíticos de misma composición (A-5):

$$\sigma_R = K_{IC} \frac{1 - (c_0/c_R)^{3/2}}{Y\sqrt{c_R}} \quad (6)$$

donde c_0 y c_R son el tamaño medio de grieta circular para el material libre de tensiones (monolítico) y el material con tensiones residuales (capas en estructuras laminadas), respectivamente. K_{IC} es la tenacidad de material y Y es una constante adimensional; para un defecto semicircular $Y = 1.26$. Los valores de σ_R calculados a partir de las diferencias entre las longitudes de las grietas para las probetas con estructura monolítica (A-5) y estructuras laminadas L_1 y L_2 se muestran en la figura 2.

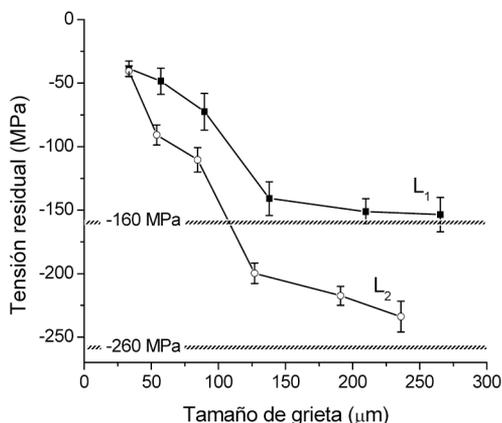


Figura 2. Tensiones residuales determinadas a partir de longitud de las grietas de indentación.

Los resultados obtenidos muestran que las σ_R de compresión en la capas exteriores (A-5) no son constantes y aumentan en función de la profundidad hacia la interfase con la capa que es sometida a tensión (A-40) hasta un valor máximo de -160 MPa y -240 MPa para estructuras L_1 y L_2 , respectivamente. La distribución y magnitud de las tensiones residuales son similares a las determinadas mediante la técnica de piezo-espectroscopía Raman [24] y a los esperados, a partir de modelos numéricos debido al efecto de superficie.

El comportamiento curva R se caracterizó utilizando los resultados de tensión de fractura σ_f de las probetas con indentaciones frente la carga de indentación P aplicada. Los resultados se expresan como ajustes lineales de la función:

$$\sigma_f = \alpha P^{-\beta} \quad (7)$$

donde: σ_f es la tensión de fractura, P carga de indentador y α y β son coeficientes que describen el comportamiento curva R.

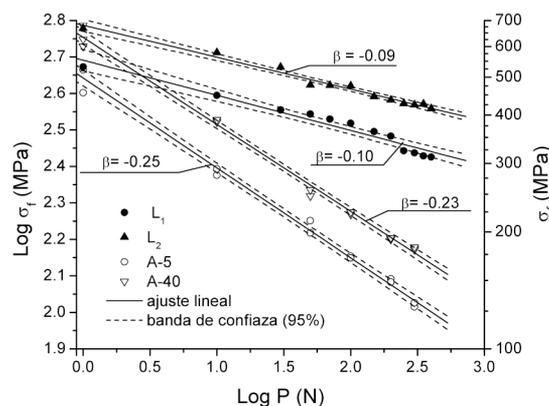


Figura 3. Tensión de rotura, frente la carga de indentación para las estructuras monolíticas y laminadas.

En la figura 3, se pueden observar los valores logarítmicos de la tensión de fractura ($\log \sigma_f$) frente los valores logarítmicos de la carga de indentador ($\log P$) para estructuras monolíticas (A-5 y A-40) y laminadas (L_1 y L_2). Los resultados están representados con el ajuste lineal y las bandas de confianza con un límite de 95 %. Las escalas correspondientes a los valores de tensión de fractura (σ_f) están representados también. En el caso de las estructuras monolíticas los valores absolutos de las pendientes β (A-5: $\beta = -0.25$; A-40: $\beta = -0.23$) son menores que la pendiente (A: $\beta = -0.33$) correspondiente al comportamiento totalmente frágil de los materiales cerámicos [25]. Se puede observar que el comportamiento curva R es más pronunciado en el caso de A-40, es decir con un contenido de Y-TZP más alto. Además, la tensión de fractura (σ_f) para la composición A-40 alcanza valores hasta 690 MPa. Estos hechos demuestran que el mecanismo de reforzamiento basado en la presencia de segunda fase es activo.

En el caso de las estructuras laminadas (figura 3), el comportamiento curva R pronunciado se demuestra por los valores de pendientes β obtenidos. Lo interesante es que los valores de β son casi coincidentes ($L_1 = -0.10$ y $L_2 = -0.09$) mientras que los valores de la magnitud de las tensiones residuales (σ_R) en la capa de exterior son considerablemente diferentes ($\sigma_{R,L1} = -160$ MPa y $\sigma_{R,L2} = -260$ MPa). Se observa la influencia de σ_R en los valores de tensión de fractura (σ_f); los máximos valores son 470 y 600 MPa para estructuras laminadas L_1 y L_2 , respectivamente. Para una distribución de tensiones residuales uniforme a través de una capa, los valores de K_{IC}

mostrarán una dependencia con el tamaño de grieta c , del tipo [14]:

$$K_{IC} = \chi \frac{P}{c^{3/2}} + Y\sigma_R \sqrt{c} \quad (8)$$

donde χ es la constante definida como:

$$\chi = \delta \left(\frac{E}{H_V} \right)^{1/2} \quad (9)$$

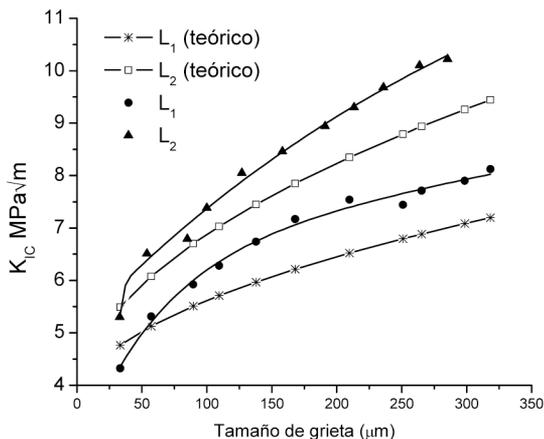


Figura 4. Valores experimentales y teóricos de intensidad de tensiones en modo I, K_{IC} , frente a tamaño de grieta, correspondientes a las estructuras laminadas L_1 y L_2 .

donde: δ es una constante sin unidades; $\delta = 0.016$ para grietas semicirculares, E es el módulo de elasticidad y H_V es la dureza Vickers del material. Esta dependencia, por sí sola, ya daría lugar a un comportamiento curva R, como se puede observar en la figura 4, donde se representa los valores de K_{IC} experimentales y calculados para estructuras laminadas L_1 y L_2 con el campo de las tensiones residuales constante ($\sigma_{R,L1} = -160$ MPa y $\sigma_{R,L2} = -260$ MPa) en la capa exterior. Utilizando los valores de la figura 4 y asumiendo que la distribución de σ_R es uniforme, se han calculado los valores de σ_f :

$$\sigma_f = \left(\frac{\chi K_{IC}^{4/3}}{P^{1/3}} \right) - \sigma_R \quad (10)$$

Los resultados obtenidos de σ_f y expresados como ajustes lineales de la función (7) están representados en la figura 5 juntos con los resultados experimentales para estructuras L_1 y L_2 . Como se puede observar, el grado de comportamiento curva R esperado dependería del nivel de σ_R , lo cual no ocurre en los materiales aquí estudiados. Por lo tanto, el origen del comportamiento curva R en estos laminados no puede ser, al menos únicamente, el que se derivaría de la ecuación (8). Por el contrario, parece más probable que este comportamiento tenga su origen en la forma de distribución de

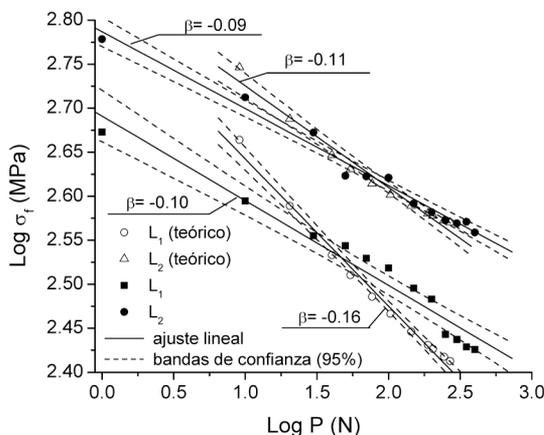


Figura 5. Valores experimentales y teóricos de tensión de rotura frente a carga de indentador para las estructuras laminadas L_1 y L_2 (β - pendiente).

tensiones residuales a través de las capas externas, similar en ambas estructuras (figura 2.).

5. CONCLUSIONES

Se han estudiado materiales de $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{YTZP}$, monolíticos y laminados. Un incremento de YTZP como segunda fase en los materiales con estructuras monolíticas mejora el comportamiento mecánico del material. Este hecho afecta a los valores absolutos de tensión de fractura, tenacidad y también al comportamiento curva R.

Las tensiones residuales de compresión en las capas exteriores de las estructuras laminadas mejoran significativamente el comportamiento mecánico. La magnitud de las mismas afecta directamente a los valores absolutos de tensión de fractura y tenacidad. El comportamiento curva R observado es activado por la presencia y distribución de las tensiones residuales en la capa exterior.

AGRADECIMIENTOS

Este trabajo está enmarcado dentro de los proyectos: CICYT MAT 2003-00836, MAT 2002-04343, CAM GR MAT07072004 (España) y HPRN-CT-2002-00203, [SICMAC] del Programa Europeo "Community's Human Potential".

Referencias:

[1] Green, D.J. "An introduction to the mechanical properties of ceramics". Cambridge: Cambridge University Press, 1998.
 [2] Lange, F.F. "Powder Processing Science and Technology for Increased Reliability". *J. Amer. Ceram. Soc.*, 72 [1], pag. 3, 1989.
 [3] Harmer, M.P., Chan, H.M. y Miller, G.A. "Unique Opportunities for Microstructural Engineering with Duplex and Laminar Ceramic Composites". *J. Amer. Ceram. Soc.*, 75 [7], pag. 1715, 1992.

- [4] Chan, H.M. "Layered ceramics: Processing and mechanical behavior". *An. Rev. Mat. Sc.*, 27, pag. 249, 1997.
- [5] Chartier, T., Merle, D. y Besson, J.L. "Laminar Ceramic Composites". *J. Eur. Ceram. Soc.*, 15 [2], pag. 101, 1995.
- [6] Sarikaya, M. y Aksay, I.A. "Biomimetics : design and processing of materials". Woodbury, N.Y.: AIP Press, 1995.
- [7] Swain, M.V. y Claussen, N. "Comparison of K_{1c} Values for Al₂O₃-ZrO₂ Composites Obtained from Notched-Beam and Indentation Strength Techniques". *J. Amer. Ceram. Soc.*, 66 [2], pag. C27, 1983.
- [8] Virkar, A.V., Huang, J.L. y Cutler, R.A. "Strengthening of Oxide Ceramics by Transformation-Induced Stresses". *J. Amer. Ceram. Soc.*, 70 [3], pag. 164, 1987.
- [9] Lakshminarayanan, R., Shetty, D.K. y Cutler, R.A. "Toughening of layered ceramic composites with residual surface compression". *J. Amer. Ceram. Soc.*, 79 [1], pag. 79, 1996.
- [10] Sbaizero, O. y Lucchini, E. "Influence of residual stresses on the mechanical properties of a layered ceramic composite". *J. Eur. Ceram. Soc.*, 16 [8], pag. 813, 1996.
- [11] Cutler, R.A., Bright, J.D., Virkar, A.V. y Shetty, D.K. "Strength Improvement in Transformation-Toughened Alumina by Selective Phase-Transformation". *J. Amer. Ceram. Soc.*, 70 [10], pag. 714, 1987.
- [12] Green, D.J., Cai, P.Z. y Messing, G.L. "Residual stresses in alumina-zirconia laminates". *J. Eur. Ceram. Soc.*, 19 [13-14], pag. 2511, 1999.
- [13] Chartier, T. y Rouxel, T. "Tape-cast alumina-zirconia laminates: Processing and mechanical properties". *J. Eur. Ceram. Soc.*, 17 [2-3], pag. 299, 1997.
- [14] Cai, P.Z., Green, D.J. y Messing, G.L. "Mechanical characterization of Al₂O₃/ZrO₂ hybrid laminates". *J. Eur. Ceram. Soc.*, 18 [14], pag. 2025, 1998.
- [15] Heuer, A.H. "Transformation Toughening in ZrO₂-Containing Ceramics". *J. Amer. Ceram. Soc.*, 70 [10], pag. 689, 1987.
- [16] Mcmeeking, R.M. y Evans, A.G. "Mechanics of Transformation-Toughening in Brittle Materials". *J. Amer. Ceram. Soc.*, 65 [5], pag. 242, 1982.
- [17] Lange, F.F. y Hirlinger, M.M. "Hindrance of Grain-Growth in Al₂O₃ by ZrO₂ Inclusions". *J. Amer. Ceram. Soc.*, 67 [3], pag. 164, 1984.
- [18] Chantikul, P., Bennison, S.J. y Lawn, B.R. "Role of Grain-Size in the Strength and R-Curve Properties of Alumina". *J. Amer. Ceram. Soc.*, 73 [8], pag. 2419, 1990.
- [19] Blattner, A.J., Lakshminarayanan, R. y Shetty, D.K. "Toughening of layered ceramic composites with residual surface compression: effects of layer thickness". *Eng. Fract. Mech.*, 68 [1], pag. 1, 2001.
- [20] Rao, M.P., Rodel, J. y Lange, F.F. "Residual stress induced R-curves in laminar ceramics that exhibit a threshold strength". *J. Amer. Ceram. Soc.*, 84 [11], pag. 2722, 2001.
- [21] Gurauskis, J., Sanchez-Herencia, A.J. y Baudin, C. "Joining green ceramic tapes made from water-based slurries by applying low pressures at ambient temperature". *J. Eur. Ceram. Soc.*, 25 [15], pag. 3403, 2005.
- [22] Gurauskis, J., Sanchez-Herencia, A.J. y Baudin, C. "Al₂O₃ / Y-TZP and Y-TZP materials fabricated by piling up water-based green ceramic tapes". *J. Eur. Ceram. Soc.*, In press, Corrected proof, Available online 12 May 2005.
- [23] 1876–99, A.E. "Standard Test Method for Dynamic Young's Modulus, Shear Modulus, and Poisson's Ratio by Impulse Excitation of Vibration". *ASTM Committee E – 28 on Mechanical Testing, subcommittee E2803 on Elastic properties*, pag., 2000.
- [24] de Portu, G., Gurauskis, J., Micele, L., Sanchez-Herencia, A.J., Baudin, C. y Pezzotti, G. "Piezo-spectroscopic characterization of alumina-zirconia layered composites". *J. Mat. Sc.*, In Press [Corrected Proof], pag., 2005.
- [25] Krause, R.F. "Rising Fracture-Toughness from the Bending Strength of Indented Alumina Beams". *J. Amer. Ceram. Soc.*, 71 [5], pag. 338, 1988.

DESARROLLO DE MATERIALES ESTRUCTURALES LAMINADOS DE ALÚMINA – TITANATO DE ALUMINIO

S. Bueno, C. Baudín

Instituto de Cerámica y Vidrio. CSIC.
C/ Kelsen s/n, 28049. Madrid, España.
E-mail: cbaudin@icv.csic.es
Tfno: 91 735 58 40. Fax: 91 735 58 43

RESUMEN

Un diseño adecuado de materiales cerámicos laminados puede dar lugar a un comportamiento superior al de los materiales monolíticos que los constituyen en términos de tensión de fractura y tolerancia a los defectos. En este trabajo, se propone el diseño de materiales laminados de alúmina – titanato de aluminio que combinan capas externas de alta tensión de fractura con capas internas en las que se produce agrietamiento controlado y que muestran comportamiento tolerante. Las grietas, del orden de 300 μm , producidas durante el enfriamiento tras el tratamiento térmico de sinterización, están orientadas de forma paralela a la dirección longitudinal de las capas. A partir de ensayos de fractura controlada (flexión en 3 pts. de probetas con entallas rectas) se ha determinado para los laminados el valor del trabajo de fractura con dos tamaños de entalla diferentes, revelando comportamiento de curva R. Las observaciones fractográficas han permitido identificar como mecanismo de refuerzo específico del laminado la deflexión y ramificación de la grieta principal a lo largo de las grietas orientadas en las capas internas. La deflexión no da lugar a deslaminación, por lo que se mantiene la integridad estructural del laminado y hace a estos materiales idóneos para trabajar en procesos de desgaste.

ABSTRACT

An adequate design of ceramic laminated materials can provide a mechanical behaviour superior than those of the constituent monoliths in terms of strength and flaw tolerance. In this work, is proposed a design of laminated materials made of alumina-aluminium titanate that combine high strength external layers with flaw tolerant internal layers in which controlled cracking is produced. The cracks, with lengths in the order of 300 μm , are originated during cooling after the sintering thermal treatment and are parallel to the longitudinal direction of the layers. From controlled fracture tests (3 point bending of single edge notched beams) the work of fracture value of the laminates was determined using two notch sizes, revealing R-curve behaviour. From fractographic observations, the deflection and branching of the main crack along the oriented cracks in the internal layers is identified as the specific reinforcing mechanism in the laminate. This deflection does not give rise to delamination, so the structural integrity of the laminate is maintained, which makes this material suitable to work under wear processes.

ÁREAS TEMÁTICAS PROPUESTAS: Fractura de Cerámicos y Polímeros.

PALABRAS CLAVE: Laminados, Deflexión, Trabajo de fractura.

1. INTRODUCCIÓN

Los materiales cerámicos tienen limitado su uso en aplicaciones estructurales por la falta de fiabilidad asociada a su comportamiento frágil durante la fractura. Un diseño adecuado de materiales laminados puede dar lugar a un comportamiento superior al de los materiales monolíticos que lo constituyen, en términos de tensión de fractura y tolerancia al tamaño de defecto [1] ya que, en general, los materiales que presentan tolerancia al tamaño de defecto muestran bajos valores de tensión de fractura.

En los materiales laminados diseñados con interfaces débiles entre capas con alta tensión de fractura se produce la deflexión a lo largo de la interfaz de una

grieta que se propaga desde la capa superficial, no continuando la fractura en la siguiente capa hasta que se alcanza su valor de tensión de fractura. En estas estructuras se consiguen importantes aumentos del trabajo de fractura (γ_{WOF}) [2], pero son sistemas que tienen un uso limitado en aplicaciones de desgaste, debido a que las tensiones longitudinales hacen que la deflexión de la grieta a lo largo de las interfaces pueda dar lugar a la deslaminación generalizada del material [3]. Una alternativa a estos materiales con interfaces débiles es el diseño de laminados con capas internas cuyas microestructuras den lugar a una deflexión controlada, de menor extensión, durante la propagación de la grieta principal.

En este trabajo se propone el diseño de materiales laminados de alúmina – titanato de aluminio que combinan capas exteriores de elevada tensión de fractura y capas internas que muestran comportamiento tolerante. Las capas externas deben estar formadas por materiales con pequeño tamaño de grano y bajo contenido de titanato de aluminio (10% vol.), con objeto de limitar la posibilidad de agrietamiento espontáneo del material y, consecuentemente, mantener elevada tensión de fractura y dureza [4-5]. Los materiales con estas composiciones (10% vol), densos y homogéneos, sólo son tolerantes para pequeños defectos, como las grietas de indentación [5-6]. Se propone como composición para las capas internas un material con 30 % vol. de titanato de aluminio, con agrietamiento controlado mediante la selección del tratamiento térmico de sinterización adecuado, como vía para obtener una microestructura tolerante para defectos grandes sin que se produzca el fallo generalizado del material [4].

A partir de ensayos de fractura controlada se compara el comportamiento del laminado durante la fractura con el de los materiales monolíticos que constituyen las capas y mediante observaciones fractográficas se identifican los mecanismo de refuerzo operativos.

2. EXPERIMENTAL

Los materiales se prepararon a partir de la filtración coloidal de suspensiones de polvos de alúmina y titania (Alumina Condea, HPA05 w/o MgO, EEUU y Titania Merck 808, Alemania) y sinterización reactiva, utilizando las condiciones óptimas previamente establecidas [7-8]. Se han obtenido materiales monolíticos de alúmina con un 10 y un 30 % en volumen de titanato de aluminio como fase dispersa (A10 y A30 respectivamente). Asimismo, se ha obtenido la estructura laminada, A10A30, con 5 capas, que combina tres capas gruesas, las dos externas y la capa central, de composición A10, con dos capas delgadas internas constituidas por A30. La sinterización fue realizada en aire a 1450 °C durante 2 horas en un horno eléctrico (Termiber, España) usando velocidades de calentamiento y enfriamiento de 2 °C/min y un tratamiento isoterma durante el calentamiento de las piezas a 1200 °C - 4 h. Los materiales fueron fabricados en forma de placas de 70 x 70 x 10 mm³, a partir de las cuales se obtuvieron probetas paralelepípedas utilizando un equipo de corte y rectificado (RS50/25, GER, Alemania).

El análisis microestructural de los materiales se realizó mediante microscopía electrónica de barrido (DSM-950, Zeiss, Alemania) sobre superficies pulidas y atacadas térmicamente (1430°C – 2 min).

Los ensayos de flexión en 3 puntos se realizaron sobre probetas entalladas de 50 x 4 x 6 mm³, con una separación entre apoyos de 40 mm y una velocidad de aplicación de la carga de 0.5 mm/min usando una

máquina universal (EM1/50/FR, Microtest, España). Para la caracterización de los materiales monolíticos se usó un tamaño relativo de entalla a/W=0.5 donde a es la longitud de la entalla y W es la altura de la probeta. Para los materiales laminados se consideró una relación a/W_A=0.4 y 0.8, donde W_A es el espesor de la primera capa del laminado. En todos los ensayos el radio de entalla se corrigió a valores inferiores a 25 µm usando pasta de diamante de hasta 1 µm. Los valores de la tenacidad de fractura y del trabajo de fractura se calcularon como el valor medio de 3 determinaciones y el error como la desviación estándar de éstas.

Las superficies de fractura se analizaron mediante microscopía óptica (H-P1, Carl Zeiss, Alemania) y microscopía electrónica de barrido con emisión de campo (S-4700, Hitachi, Japón).

3. RESULTADOS Y DISCUSIÓN

3.1 Materiales monolíticos y diseño del laminado

En la fig. 1 se muestran las curvas características carga-desplazamiento de los ensayos de flexión para los materiales monolíticos A10 y A30. Se puede observar cómo los ensayos son estables, por lo que a partir de cada curva carga – desplazamiento fue posible calcular el trabajo de fractura (tabla 1) a partir del área bajo las curvas carga-desplazamiento dividida por el doble de la sección transversal de probeta sin entallar. Los valores del factor crítico de intensidad de tensiones en modo I (K_{IC}, tabla 1) se calcularon a partir de la carga máxima del ensayo, y las dimensiones de la probeta y de la entalla, según la ecuación propuesta por Guinea y col. [9], válida para cualquier tamaño relativo de entalla; ecuación (1):

$$K_I = \frac{6 \cdot M}{B \cdot W^{3/2}} \cdot k_\beta(\alpha) \tag{1}$$

donde M es el momento de la sección transversal en la parte central de la probeta en flexión, B es el espesor de la probeta, W es la altura y k_β(α) es un factor geométrico que depende de la longitud relativa de entalla, α=a/W, y de la distancia entre apoyos, β=S/W. Esta expresión es válida para una relación de la distancia entre apoyos (S) y la altura de la probeta, β, mayor que 2.5.

	K _{IC} (MPa·m ^{1/2})	γ _{WOF} (J/m ²)
A10	3.5 (0.2)	33.4 (2.3)
A30	2.4 (0.1)	53.9 (0.7)

Tabla 1. Valores del factor crítico de intensidad de tensiones en modo I (K_{IC}) y del trabajo de fractura

(γ_{WOF}) de los materiales monolíticos. Se muestra el valor medio y la desviación estándar.

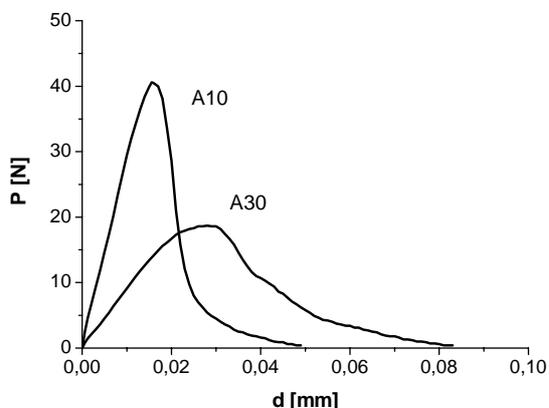


Fig. 1. Curvas carga-desplazamiento en ensayos de flexión en tres puntos de los materiales monolíticos ensayados con un tamaño relativo de entalla $a/W = 0.5$.

En la fig. 2 se observa a bajos aumentos el aspecto de las superficies de fractura de los materiales monolíticos. Los materiales de composición A10 presentan superficies de fractura relativamente planas (fig. 2a) mientras que las correspondientes a los compuestos A30 son muy tortuosas (fig. 2b). En estas últimas se observa un gran número de planos de fractura y macrogrietas perpendiculares a las superficies de fractura localizadas en las intersecciones entre los diferentes planos de fractura (fig. 2b). Estas macrogrietas (del orden de $300 \mu\text{m}$) también se identifican en las superficies pulidas de los materiales A30 sinterizados y son responsables del descenso significativo del factor crítico de intensidad de tensiones (tabla 1) y del marcado comportamiento no lineal al inicio de las curvas carga – desplazamiento antes de alcanzar el valor de carga máxima (fig. 1).

El material monolítico de composición A30 muestra comportamiento tolerante debido a la actuación de mecanismos de refuerzo asociados a la interacción de la grieta principal con las macrogrietas presentes en estos materiales [10].

El sistema laminado propuesto (A10A30, fig. 3) ha sido diseñado para que la combinación de capas de A10 con las capas internas de A30 de lugar al comportamiento tolerante del laminado, manteniendo unas tensiones residuales relativamente bajas y, por lo tanto, las propiedades estructurales del compuesto A10.

En la fig. 4 se muestra la observación a bajos aumentos de una capa interna de A30 y las capas de A10 a ambos lados de la misma. A estos aumentos, se observa la presencia de macrogrietas en las capas de A30, con un tamaño del mismo orden que las del material monolítico correspondiente ($\cong 300 \mu\text{m}$). A diferencia del material

monolítico, estas macrogrietas presentan una orientación preferencial de forma paralela a las capas aislando zonas alargadas de sección transversal variable.

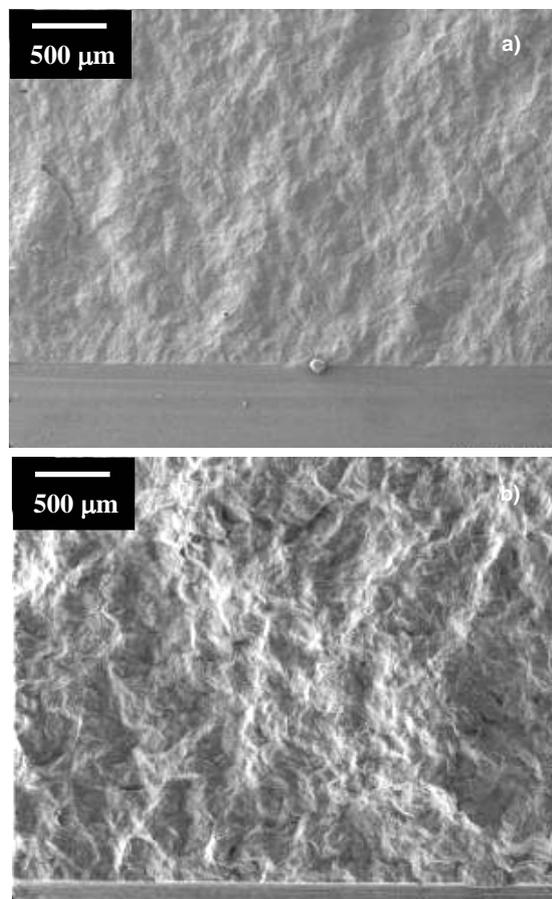


Fig. 2. Observación a bajos aumentos de las superficies de fractura de los materiales monolíticos ensayados en flexión en tres puntos con un tamaño relativo de entalla de 0.5. Se muestra el fondo de entalla en la parte inferior de las imágenes. Micrografías MEB

- a) A10
- b) A30

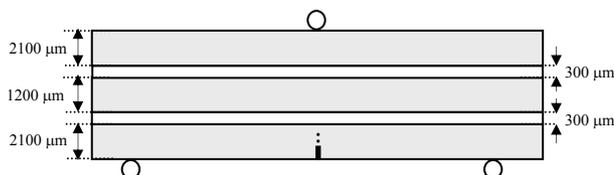


Fig. 3. Esquema de la estructura laminada diseñada con 5 capas. Se muestra la orientación relativa de las capas y los dos tamaños de entalla ensayados (línea continua y punteada). Las capas gruesas de A10 se representan en color gris y las capas internas de A30 en color blanco.

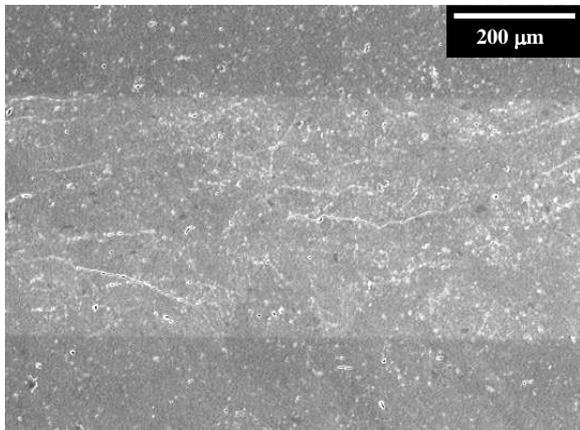


Fig. 4. Observación a bajos aumentos mostrando la orientación preferencial de las macrogrietas presentes en las capas de composición A30 del laminado. Micrografía de MEB sobre superficies pulidas y atacadas térmicamente.

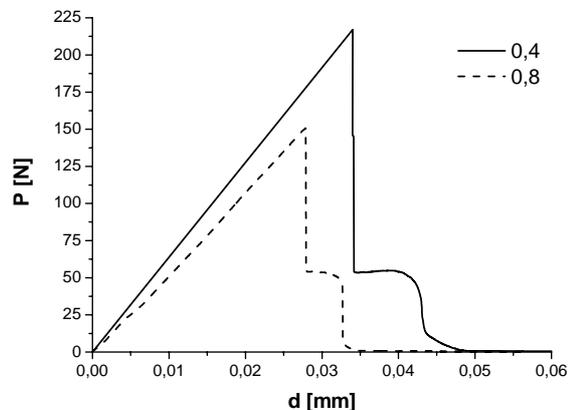
En este sistema laminado, teniendo en cuenta los valores de las deformaciones producidas en los materiales monolíticos durante el enfriamiento tras la sinterización, se esperan tensiones residuales de tracción en las capas de composición A10 y de compresión en las capas internas de composición A30 [10]. Estas tensiones residuales de compresión explican la orientación preferencial de las macrogrietas en las capas de composición A30. Las tensiones bidimensionales de compresión que se desarrollan durante el enfriamiento en estas capas, combinadas con las tensiones residuales a nivel de la microestructura presentes en el material, dan lugar a la morfología del macrogrietamiento múltiple obtenido con orientación preferencial.

3.2 Comportamiento mecánico

En la fig. 5 se muestran las relaciones carga-desplazamiento características de las probetas de los laminados ensayadas con dos tamaños relativos de entalla (0.4 y 0.8 del espesor de la primera capa). Las curvas son lineales hasta la fractura, lo cual se puede asociar a que el comportamiento del material laminado hasta el punto de fractura está dominado por las capas superficiales y central, constituidas por el material de composición más rígida, A10. Todos los ensayos fueron semiestables. Los valores de carga máxima alcanzados antes de la fractura dependen del tamaño de entalla. Una vez originada la fractura, se produce un descenso brusco de los valores de carga hasta aproximadamente 50 N, valor coincidente para ambos tamaños de entalla

y a partir del cual la fractura se produce de manera estable.

En la tabla 2 se recogen los valores del trabajo de fractura determinados para los dos tamaños relativos de



entalla ensayados (0.4 y 0.8 del espesor de la primera capa).

Fig. 5. Curvas características carga-desplazamiento de probetas con un tamaño relativo de entalla (a/W) de 0.13 y 0.26 (Correspondiente a una relación de $\cong 0.4$ y 0.8, respectivamente, del espesor de la primera capa de A10, W_a). Se muestra el comportamiento semiestable, con una caída brusca de carga hasta aproximadamente 50 N.

$\gamma_{WOF}, J \cdot m^{-2}$	
0.4	0.8
88.2 (3.2)	61.7 (2.1)

Tabla 2. Valores del trabajo de fractura, γ_{WOF} , determinado para los laminados. 0.4 y 0.8 indican la longitud de la entalla relativa al espesor de la primera capa de A10. El error corresponde a la desviación estándar de tres determinaciones.

En las probetas con un tamaño de entalla de aproximadamente 0.4 del espesor de la primera capa se obtiene un valor de γ_{WOF} significativamente superior al obtenido en las probetas con un tamaño de entalla de 0.8 del espesor de la primera capa (aproximadamente un 30 %, tabla 2). Esto indica que el trabajo de fractura es función de la fracción de la superficie de fractura formada en el trozo de probeta sin entallar, (0.87 y 0.74 para los tamaños relativos de entalla de 0.4 y 0.8 del espesor de la primera capa, respectivamente).

En la fig. 6 se muestran a bajos aumentos el camino de fractura característico en la cara transversal de las probetas de los laminados. En todos los ensayos se

observa la propagación recta de la grieta principal a través de las capas de A10 y el cambio del plano de propagación de la grieta en las capas de material A30. Estos cambios de plano se producen por la interacción de la grieta principal con las macrogrietas orientadas en estas capas. La grieta principal deflecta y se ramifica a lo largo de las macrogrietas cuando alcanza la primera capa de A30. En un punto de estas macrogrietas, distinto del punto de ramificación, se origina una nueva fractura, dando lugar a una nueva grieta principal de menor apertura que la inicial (fig. 6). Esta grieta se propaga a través de la capa central de A10 hasta la segunda capa de A30, dónde se vuelve a repetir el proceso de ramificación y a surgir una nueva fractura.

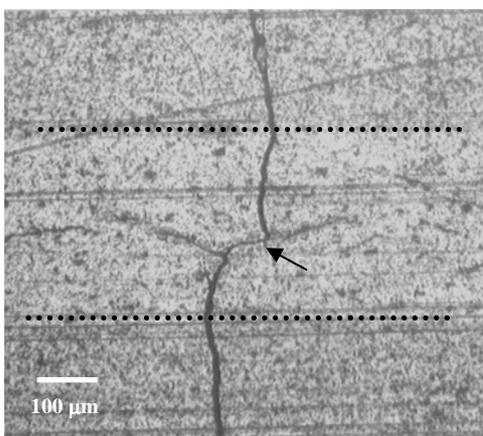


Fig. 6. Perfil de fractura característico en las caras laterales pulidas de las probetas del laminado. La propagación de la grieta va desde la parte inferior a la superior de la imagen. Las líneas de puntos marcan la capa interna de composición A30. Se muestra la ramificación y el cambio del plano de propagación de la grieta principal debido a la interacción con las macrogrietas. Probeta ensayada con un tamaño relativo de entalla de 0.4 de la capa externa de A10. Se señala el punto de origen de una nueva fractura.

En las curvas carga – desplazamiento correspondientes a los materiales laminados (fig. 5), una vez alcanzada la carga máxima, ésta cae de manera brusca hasta un punto en el que se mantiene constante para mayores desplazamientos (aproximadamente 50), revelando el frenado de la grieta principal. Por lo tanto, en estos materiales se observa un punto de frenado de la fractura, que es coincidente para los dos tamaños de entalla. El aspecto del camino de propagación de las grietas en las superficies laterales de las probetas (fig. 6.), muestra ramificación y reinicio de la fractura en las capas de composición A30, lo que permite asociar el punto de frenado de la fractura observado en las curvas carga-desplazamiento con la interacción de la grieta principal con estas capas.

En la fig. 7 se muestra la superficie de fractura característica de los materiales laminados. La observación a bajos aumentos revela que la fractura es

mucho más tortuosa en las capas de A30, en concordancia con lo observado en los materiales monolíticos correspondientes. Esta tortuosidad está formada por planos de fractura que forman escalones paralelos a la dirección longitudinal de la capa y que se corresponden a la ramificación observada en las macrogrietas orientadas, tal y como se ve en las superficies transversales (fig. 6). Estos planos de fractura formando escalones orientados son una característica propia del material laminado y se deben a la orientación preferencial de las macrogrietas a lo largo de las cuales deflecta y se ramifica la grieta principal, a diferencia de los materiales monolíticos de A30 (fig. 2b), dónde los planos de fractura no presentan una ordenación preferencial.

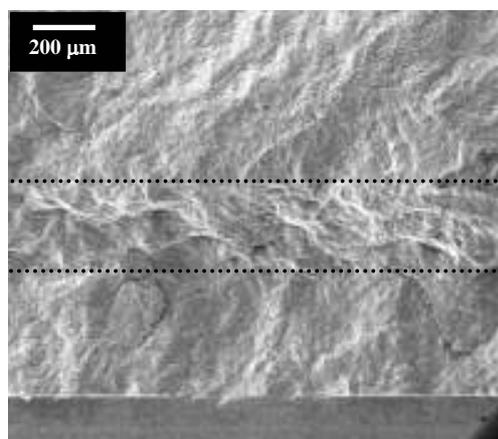


Fig. 7. Superficie de fractura característica del material laminado. Se observan los cambios del plano de propagación de la grieta en la capa de A30, que se corresponden con la ramificación en las macrogrietas. Probeta ensayada con un tamaño relativo de entalla de 0.8 del espesor de la primera capa. Se muestra el fondo de entalla en la parte inferior de la imagen. Micrografías de MEB.

El cambio en la dirección de propagación de la grieta principal debido a que las macrogrietas están orientadas formando un cierto ángulo con la tensión aplicada, conduce a una menor concentración de tensiones [11]. Las macrogrietas preexistentes en las capas A30, llegan a producir cambios en la dirección de propagación de la grieta principal de hasta 90° respecto a la tensión aplicada, por lo que la grieta pierde completamente su severidad [11]. Por lo tanto, la grieta no continúa su propagación, sino que tiene que volverse a originar en algún punto debido a un defecto del material, dando lugar a un tipo de fractura similar a la observada en los materiales laminados con interfaces débiles, aunque en este caso se trata en realidad de una multideflexión producida por la interacción con las múltiples macrogrietas, tal y como se refleja en las superficies de fractura escalonadas de las capas de composición A30.

Los fenómenos de deflexión, ramificación y formación de nuevas fracturas dan lugar a los altos valores de trabajo de fractura en el laminado (γ_{WOF} , tabla 2). El que este término sea significativamente superior en las probetas ensayadas con tamaños menores de entalla, en las que la fracción de fractura producida es superior (0.87 frente a 0.74), revela que el refuerzo originado en la estructura laminada la dota de comportamiento curva R. Este hecho tiene que ser debido a que las características del frente de la grieta principal, una vez que alcanza las capas de A30, sean diferentes en los ensayos realizados con ambos tamaños de entalla, dando lugar a una mayor efectividad a los fenómenos de ramificación. El origen de estas diferencias no puede ser explicado por las propiedades de las capas constituyentes, ya que para ambos tamaños de entalla las grietas atraviesan proporciones de capas A10 muy superiores al tamaño de la zona de procesos evaluado en el material monolítico de igual composición, A10, con comportamiento de curva R limitado [10]. Por lo tanto, dicho origen debe ser atribuido a la estructura laminada.

4. CONCLUSIONES

Los materiales laminados propuestos en este trabajo presentan como mecanismo de refuerzo específico, que los diferencia de los materiales monolíticos, la deflexión y ramificación de la grieta principal a lo largo de las macrogrietas orientadas en las capas de composición A30. Dicha deflexión se produce a nivel microestructural, no dando lugar a la deslaminación del material a escala macroscópica y, por lo tanto, manteniendo resistencia a las tensiones longitudinales, lo que hace a estos materiales idóneos para trabajar en procesos de desgaste.

El refuerzo operativo en los materiales diseñados depende de desarrollos microestructurales propios de la estructura laminada que tienen lugar durante el enfriamiento tras la sinterización del material (formación de macrogrietas orientadas), por lo que el refuerzo alcanzado en estos materiales no perderá su efectividad al aumentar la temperatura de trabajo.

AGRADECIMIENTOS

Los autores desean agradecer la financiación otorgada por la CICYT dentro de los Proyectos MAT00-949 y MAT2003-00836, por el Proyecto CAM GRMAT0707-2004 y por la Beca I3P – BPD2001-1 (CSIC).

REFERENCIAS

[1] Chan, H. M., “Layered Ceramics: Processing and Mechanical Behavior”, *Annu. Rev. mater. Sci.*, **27** 249-82, 1997.

[2] Clegg, W. J., Kendall, K., McN. Alford, N., Birchall, J. D. and Button, T. W., “A simple way to make tough ceramics”, *Nature*, **347** 45-57, 1990.

[3] Clegg, W. J., “Controlling Cracks in Ceramics” *Science* **286** 1097-1099, 1999.

[4] Padture, N. P., Runyan, J. L., Bennison, S. J., Braun, L. M and Lawn, B. R., “Model for Toughness Curves in Two-Phase Ceramics: II, Microstructural Variables”, *J. Am. Ceram. Soc.*, **76** (9) 2241-47, 1993.

[5] Padture, N. P., Bennison, S. J. and Chan, H. M., “Flaw-Tolerance and Crack-Resistance Properties of Alumina-Aluminium Titanate Composites with Tailored Microstructures”, *J. Am. Ceram. Soc.*, **76** (9) 2312-20, 1993.

[6] Uribe, R. and Baudín, C., “Influence of a Dispersión of Aluminium Titanate Particles of Controlled Size on the Termal Shock resistanse of Alumina”, *J. Am. Ceram. Soc.*, **86** (5) 846-50, 2003.

[7] Bueno, S., Moreno, R and Baudín, C., “Reaction sintered Al_2O_3 / Al_2TiO_5 microcrack-free composites obtained by colloidal filtration “ *J. Eur. Ceram. Soc.*, **24** 2785-2791, 2004.

[8] Bueno, S., Moreno, R. and Baudín, C., “Design and Processing of $Al_2O_3-Al_2TiO_5$ Layered Structures”, *J. Eur. Ceram. Soc.*, **25** 847-856, 2005.

[9] Guinea, G. V., Pastor, J. Y., Planas, J. and Elices, M., “Stress intensity factor, compliance and CMOD for a general three-point-bend beam”, *International Journal of Fracture*, **89** 103-118, 1998.

[10] Bueno, S., *Desarrollo de materiales laminados de alúmina – titanato de aluminio con aplicaciones estructurales*. Tesis Doctoral. 256 pags. Universidad Autónoma de Madrid, 2005.

[11] Faber, K. T., “Toughening Mechanisms for Ceramics in Automotive Applications”, *Ceram. Eng. Sci. Proc.*, **5** 408-439, 1984.

COMPORTAMIENTO A FRACTURA DE FILMS DE NANOCOMPUESTOS DE UN COPOLÍMERO EVOH

M.Ll. MasPOCH, E. Franco-Urquiza, M. Boggio, H. Boitel, J.I. Velasco, O.O. Santana

Centre Català del Plàstic. Universitat Politècnica de Catalunya (UPC)
C/Colom 114, 08222 Terrassa
E-mail: maria.lluisa.masPOCH@upc.edu
Tfno: 937 83 70 22. Fax: 937 84 18 27

RESUMEN

Se analizó el comportamiento a fractura de films de nanocompuestos de un copolímero EVOH con diferentes porcentajes en peso de dos tipos de arcillas montmorillonitas. Los nanocompuestos fueron obtenidos a través de un proceso de extrusión de doble husillo. Mediante una extrusora calandra, se obtuvieron los diferentes films con un espesor de aproximadamente 300µm. El estudio morfológico se llevó a cabo mediante difracción de rayos X y microscopia electrónica de transmisión (MET) observando rasgos de intercalación con algunos porcentajes. El análisis fractográfico se realizó por microscopia electrónica de barrido (MEB). El comportamiento mecánico se analizó mediante ensayos de tracción y el de fractura mediante la técnica de trabajo esencial de fractura (EWF). Se encontraron variaciones importantes en la tenacidad de los compuestos en función del tipo y porcentaje de arcilla que se relacionan con las morfologías resultantes.

ABSTRACT

Fracture behavior of EVOH copolymer nanocomposites films was analyzed in different weight percentages of two types of montmorillonite clays. The nanocomposites were obtained through a twin-screw extrusion process. The different films with 300µm thickness approximately, were obtained through a calander extruder. Morphologic study was done by both, X-ray diffraction and transmission electronic microscopy (TEM), intercalation features were observed in some percentages. Fractographic analysis was carried out by scanning electronic microscopy (SEM). Both, essential work of fracture (EWF) and tensile tests were made to analyze the fracture and mechanical behavior. Important variations were found in the toughness of composites correlated with type and porportion of clay that are related to the resulting morphologies.

ÁREAS TEMÁTICAS PROPUESTAS: Fractura de Materiales Compuestos o Fractura de Cerámicos y Polímeros.

PALABRAS CLAVE: Nanocompuestos, EVOH, trabajo esencial de fractura.

1. INTRODUCCIÓN

Los copolímeros etileno-alcohol vinílico (EVOH), son polímeros que proporcionan un alto efecto barrera a los gases, por lo que son muy empleados en la industria de envases para alimentos sensibles al oxígeno. Sin embargo su mayor inconveniente es su sensibilidad al vapor de agua, lo que disminuye considerablemente sus propiedades barrera a altas humedades relativas [1]; de hecho, en la mayoría de las aplicaciones comerciales lo presentan en forma de estructuras multicapas, donde la capa de EVOH se ubica entre materiales hidrófobos como las poliolefinas. Aún así, dentro de los diferentes procesos de envasado alimenticio como la pasteurización y la esterilización, el agua acaba alterando el EVOH, quedando el alimento desprotegido frente a la acción del oxígeno [2]. Esta alteración proviene del hecho de que los enlaces de hidrógeno intermoleculares de los grupos hidroxilos son interceptados por las moléculas de agua, esta interacción reduce la cohesión intermolecular y la integridad mecánica, aumentando la fracción de volumen libre y facilitando la movilidad de los enlaces, permitiendo el paso de gases a través del film,

aumentando la permeabilidad y reduciendo las propiedades mecánicas [3]. Una de las formas de limitar el transporte de masa en los copolímeros (EVOH) es la mezcla con arcillas para formar nanocompuestos. Las arcillas comúnmente empleadas para la preparación de dichos compuestos son la Hectorita, la Saponita y la Montmorillonita (MMT). Su estructura cristalina consiste en dos capas bidimensionales (una octahédrica central de alúmina unida a dos tetrahédros externos de sílice), el espesor de la capa es de aproximadamente 1nm según el tipo de silicato. Estas capas se organizan formando apilamientos con un espaciado regular entre ellas conocido como "galerías". Las arcillas intercaladas son nanoelementos inorgánicos. Si durante el mezclado del EVOH con las arcillas se consigue que éstas se intercalen y/o exfolien, entonces se dificultará el proceso difusivo aumentando el efecto barrera [4-8].

En este artículo presentamos el comportamiento mecánico y a fractura de films de distintos compuestos obtenidos a partir de dos tipos de arcilla MMT mezcladas en diferentes porcentajes con una matriz polimérica de EVOH.

2. MATERIALES Y MÉTODOS

2.1. Materiales

El copolímero etileno alcohol-vinílico (EVOH) empleado para este estudio fue el EVOH Soarnol® DC 32 03F con un porcentaje de etileno de 32% (EVOH-32) de Nipón Goshei. Se emplearon arcillas naturales MMT modificadas con una sal de amonio cuaternario. La arcilla Cloisite® 30B comercializada en los Estados Unidos por la empresa Southern Clay Products, y cuya venta no se expende a Europa está modificada con una sal de amonio cuaternario de tipo polar (figura 1a) y la arcilla Dellite® 67G de Labiosa Chimica Mineraria con una modificación de naturaleza apolar (figura 1b).

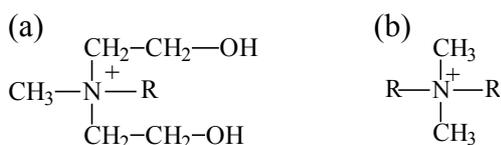


Figura 1. Estructura química del modificante orgánico para: a) Cloisite 30B y b) Dellite 67G.

La Cloisite 30B tiene un porcentaje de humedad del 2% con una pérdida de peso por calcinación del 30%, siendo para la Dellite 67G de 3% y 47% respectivamente.

2.2. Condiciones de secado

El EVOH y las mezclas se secaron dentro de una estufa con circulación forzada de aire J.P. Selecta® durante 18 horas a 80°C para eliminar la humedad. Cabe destacar que antes de cada proceso de extrusión doble husillo, el material se secó durante una hora a 110°C en un deshumidificador de vacío PIOVAN DSN506HE que a su vez sirvió de tolva de alimentación, asegurando el máximo secado durante el proceso.

2.3. Obtención de los compuestos

La preparación de los compuestos requirió tres procesos de extrusión, el primero para incorporar la arcilla al EVOH, el segundo para homogeneizar la mezcla y el tercero para diluir a los porcentajes deseados. Para ello se utilizó una extrusora de doble husillo Collin ECS-T10, a una velocidad de los husillos de 100 rpm, el perfil de temperaturas se muestra en la tabla 1.

Perfil de Temperatura (°C)							
T ₁	T ₂	T ₃	T ₄	T ₅	T ₆	T ₇	T _{boquilla}
160	190	200	205	210	215	220	229

Tabla 1. Perfil de temperaturas en la extrusora doble husillo.

El porcentaje en peso de arcilla para cada material se determinó según la norma ISO 3451-1 [9], empleando el método A (calcinación directa) utilizando un horno

mufla Selecta 367 P.E. a una temperatura de 600°C hasta peso constante. Para este cálculo, se tomó en cuenta las pérdidas en peso por calcinación de cada arcilla indicadas anteriormente. En la tabla 2 se muestra la nomenclatura para cada compuesto y el porcentaje en peso real de arcilla utilizada.

Nomenclatura	Material	Peso de arcilla (%)
EVOH-3X	EVOH procesado 3 veces	0
EVOH-C 2,5	EVOH + 2,5% Cloisite	2,18 ± 0,09
EVOH-C 5	EVOH + 5% Cloisite	4,45 ± 0,03
EVOH-C 7,5	EVOH + 7,5% Cloisite	6,71 ± 0,09
EVOH-D 2,5	EVOH + 2,5% Dellite	2,81 ± 0,17
EVOH-D 5	EVOH + 5% Dellite	4,97 ± 0,17
EVOH-D 7,5	EVOH + 7,5% Dellite	7,45 ± 0,08

Tabla 2. Resumen de las mezclas preparadas.

2.4. Preparación de films

Los films de aproximadamente 300 µm se obtuvieron mediante un proceso de extrusión calandra (Collin Teach Line 20 T-E ®). Este espesor garantizaba la máxima isotropía del material con poca relación de estirado. El perfil de temperaturas tuvo un rango de 160°C en T₁ hasta 230°C en la boquilla, la velocidad del husillo fue de 60 rpm. La velocidad de los rodillos de la calandra fue de 40 rpm con una temperatura de 50°C y una presión entre ellos de 8,2 bar.

2.6. Caracterización físico-química

El estudio morfológico se llevó a cabo mediante difracción de rayos X utilizando un difractor Siemens D5000D. La intensidad (en función de la dispersión registrada) se encontró en el rango de 2θ de entre 2° a 10° utilizando un filtro de radiación de Cu K_α (λ = 1,54 Å), operado a un voltaje de 40 kV y un filamento de 30 mA. También se empleó la técnica de Microscopía Electrónica de Transmisión (MET) en un equipo Hitachi 800 MT. Las muestras se prepararon mediante el procedimiento de inclusión y se cortaron por ultramicrotomía.

2.6. Ensayos de los films

Los ensayos a tracción se llevaron a cabo a una velocidad de 10 mm/min y una temperatura controlada de 23°C (± 1°C) bajo las normas ASTM D-638 / ISO 527 [10] en una maquina Galdabini V5E9, equipada con una célula de carga de 1 kN, un videoextensómetro y un sistema de adquisición y tratamiento de datos (Sun 2500). Para preparar probetas Halterio tipo IV, los films se sumergieron en agua durante 96 horas para dar flexibilidad al material y poderlo troquelar utilizando una troqueladora Ceast 6051. Antes de cada ensayo, las probetas se secaron durante 2 horas a 110°C para eliminar la humedad. Se midió el espesor en la zona central con un micrómetro de inducción magnética Mega-Check 5F-ST con una precisión de ± 1 µm.

Los ensayos a fractura se realizaron siguiendo las especificaciones del protocolo ESIS (European Structural Integrity Society) para el trabajo esencial de fractura (EWF por sus siglas en inglés). Se emplearon probetas de tipo DDENT con longitudes de ligamento entre 5 y 20 mm [11]. Los ensayos se realizaron en una maquina Galdabini V5VB, equipada con una célula de carga de 1 kN a una velocidad de 10 mm/min y una temperatura controlada de 23°C (± 1°C). Al término de los ensayos se midió la longitud real del ligamento de cada probeta mediante un amplificador de imagen Starrett Sigma VB300 con una precisión de ± 1 µm.

El estudio fractográfico se realizó mediante Microscopia Electrónica de Barrido (MEB), en un equipo JEOL JSM 6400. Se tomaron micrografías de probetas DDENT (Deep Double Edge-Notched Tension) con longitudes de ligamento entre 11 y 13 mm ensayadas a fractura. Las muestras se recubrieron con una fina capa de oro con la finalidad de aumentar la conductividad y garantizar su observación.

3. RESULTADOS Y DISCUSIÓN

3.1. Morfología de los nanocompuestos EVOH

Los análisis por difracción de rayos X permitieron observar el grado de exfoliación de la matriz polimérica con las arcillas. La figura 2 muestra los difractogramas para el EVOH-C y el EVOH-D, comparados con sus arcillas correspondientes.

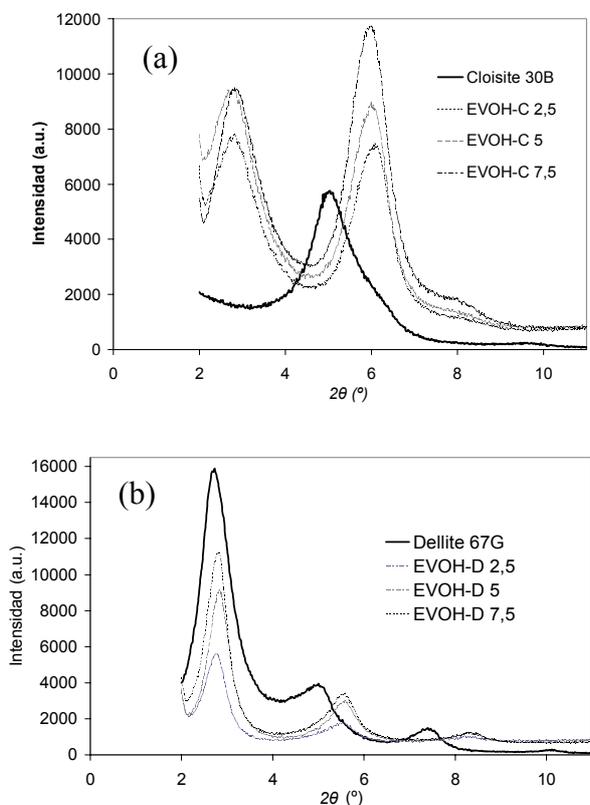


Figura 2. Difractogramas de rayos X. a) EVOH-C y Cloisite y b) EVOH-D y Dellite.

En la figura 2a, la Cloisite muestra la existencia de un pico en $2\theta = 5^\circ$, sin embargo, cuando se añade al EVOH se obtiene un desdoblamiento de diferente magnitud, el mismo fenómeno se observa para todos los porcentajes de arcilla. El pico de mayor espaciado corresponde a una intercalación y el pico menor a una floculación [12].

En la figura 2b se observa que la Dellite presenta tres picos con espaciados diferentes donde el pico observado en $2\theta = 7,5^\circ$ indica que cierto porcentaje de la arcilla no se modificó durante el tratamiento de intercambio iónico. Para el EVOH-D, se observan tres picos, donde el pico en $2\theta = 2,75^\circ$ no varía su posición con respecto a la arcilla, indicando que en el compuesto se presenta sólo como un agregado. El pico en $2\theta = 5,6^\circ$ se puede atribuir a una reorganización de las cadenas del modificante y el pico en $2\theta = 8,4^\circ$ a una desorción de las moléculas de agua presentes en la galería interlaminar de la arcilla.

La figura 3 muestra las micrografías MEB de las superficies de fractura de los materiales compuestos EVOH-D 2,5 y el EVOH-C 2,5.

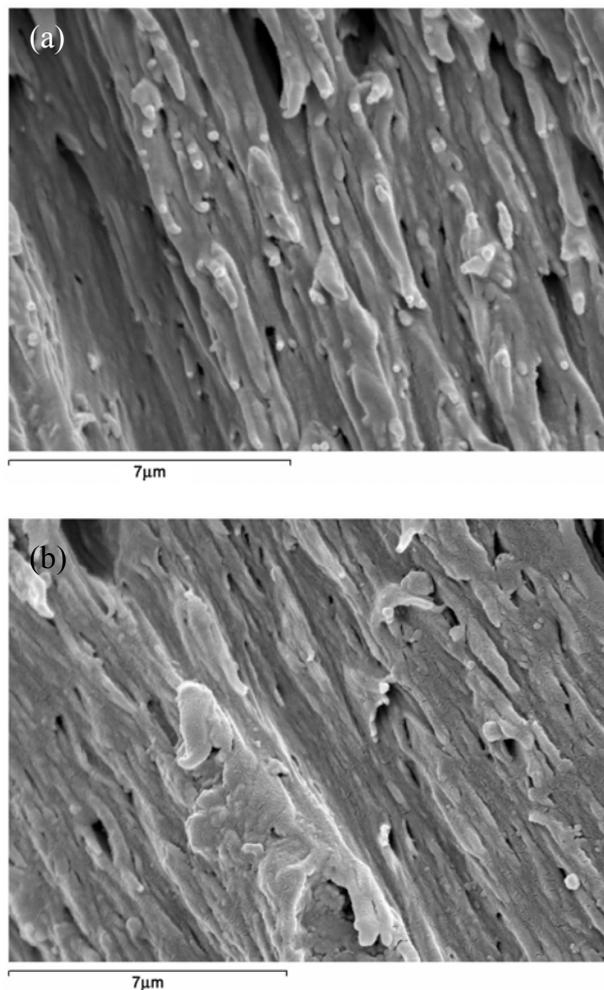


Figura 3. Micrografías MEB. a) EVOH-D 2,5 y b) EVOH-C 2,5.

En la figura 3a se observa que para el EVOH-D 2,5 existe una concentración de partículas agregadas debido a que la arcilla no ha podido exfoliarse o intercalarse, el tamaño promedio de estas partículas es de 0,2 μm . En la figura 3b el EVOH-C 2,5 presenta una concentración de partículas apreciablemente menor que el EVOH-D 2,5, indicando que existe un cierto grado de intercalación entre la arcilla y la matriz polimérica.

La figura 4 muestra una micrografía MET del compuesto EVOH-C 5 donde se puede observar que una parte de la arcilla se ha exfoliado y otra permanece agregada.

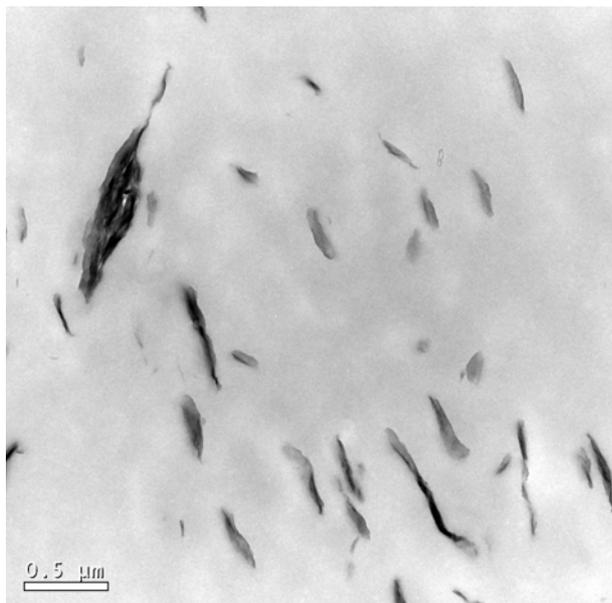


Figura 4. Micrografía MET EVOH-C 5 (x 30000).

Hay otros aspectos estructurales de la propia matriz de EVOH que pueden afectar en gran medida al comportamiento mecánico y a fractura de estos materiales. Por ejemplo, el porcentaje de cristalinidad del EVOH y cómo éste se ve afectado por la presencia de las arcillas, del tipo y porcentaje de las mismas, o el grado de degradación que se ha podido introducir en el material durante su procesado (extrusión doble husillo). Estos aspectos están siendo estudiados actualmente por nuestro grupo [13].

3.2. Comportamiento a tracción

Para cuantificar el grado de orientación y la diferencia de propiedades mecánicas en función de la posición en el film, se ensayaron probetas troqueladas en el centro y en los laterales del mismo, obteniéndose un valor del módulo elástico aproximadamente 30% mayor con las probetas centrales que con las laterales. Esto se atribuye a que cuando el film sale por la boquilla de la extrusora, el flujo del material presenta un perfil parabólico, la parte central está más avanzada que la lateral. Esto ocasiona un proceso de estirado, y por tanto de orientación, del material, mayor en el centro que en los laterales, tal como se esquematiza en la figura 5.

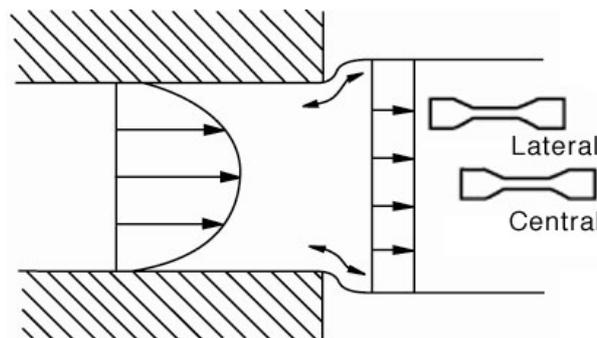


Figura 5. Perfil del flujo del material a la salida de la boquilla de la extrusora.

Sin embargo, el valor de la tensión de cedencia (σ_y) es prácticamente constante y no se aprecian diferencias significativas entre las probetas centrales y laterales. Este hecho es de gran importancia para los ensayos de fractura puesto que permite asegurar que todo el ligamento entrará en cedencia, independientemente de su longitud, a un mismo valor de tensión.

Por lo tanto, las probetas empleadas en los ensayos a tracción y a fractura, se elaboraron tomando como zona de ensayo la parte central del film.

La tabla 3 muestra los resultados obtenidos para los ensayos a tracción tomando como referencia al EVOH-3X.

Material	E (GPa)	σ_y (MPa)	ϵ_y (%)
EVOH-3X	3,30 \pm 0,13	64,3 \pm 3,7	6,7 \pm 0,17
EVOH-C 2,5	4,26 \pm 0,10	82,1 \pm 2,7	7,7 \pm 0,27
EVOH-C 5	4,49 \pm 0,33	82,1 \pm 1,3	6,9 \pm 0,35
EVOH-C 7,5	3,74 \pm 0,25	79,2 \pm 5,8	8,9 \pm 1,60
EVOH-D 2,5	2,99 \pm 0,25	75,9 \pm 3,0	8,3 \pm 0,70
EVOH-D 5	3,24 \pm 0,13	78,0 \pm 0,8	6,7 \pm 0,30
EVOH-D 7,5	2,94 \pm 0,18	76,2 \pm 1,1	6,7 \pm 0,40

Tabla 3. Características a tracción.

Al agregar Cloisite al EVOH la rigidez (E) aumenta, aunque se llega a un máximo para 5% de arcilla y porcentajes mayores casi no afectan al valor del módulo. Esto se puede atribuir al hecho de que sólo una parte de la arcilla es capaz de intercalarse/exfoliarse (figura 4), por lo cuál, a mayor cantidad de arcilla, ésta en lugar de conseguir una intercalación con el copolímero sólo se presenta como agregados que no incrementan la rigidez del material. En el caso del material EVOH-D, no se observan cambios significativos en el valor del módulo debido a que la Dellite actúa como un agregado con cualquier porcentaje. Estos resultados concuerdan con las morfologías mostradas en las figuras 3 y 4.

Por otro lado, ambas arcillas incrementaron los valores de tensión a la cedencia con relación al EVOH-3X, aumentando un 30% para la Cloisite y un 20% para la

Dellite. Este incremento se puede atribuir a la disminución de la movilidad de las cadenas moleculares introducida por las partículas rígidas. Cabe mencionar que los valores de la deformación a la rotura presentaron un alto nivel de dispersión.

3.3. Comportamiento a fractura

La figura 6 muestra los gráficos de trabajo total de fractura frente a la longitud de ligamento y las correspondientes regresiones lineales para EVOH-C y EVOH-D.

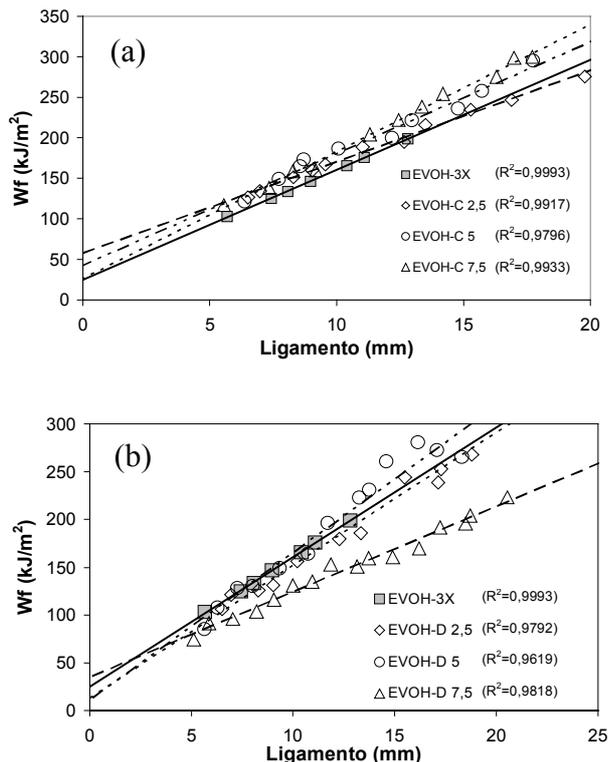


Figura 6. Representación de W_f frente a L . a) EVOH-C y b) EVOH-D.

Al comparar las gráficas de la figura 6 se observa que el EVOH-C (figura 6a) presenta mejores ajustes que el EVOH-D (figura 6b). Esto no se atribuye al tipo y/o porcentaje de arcilla sino más bien a la calidad del film. Esta calidad puede verse afectada en el proceso de extrusión calandra debido a que el procesado del EVOH mezclado con arcillas es muy complejo. Como los films contienen defectos, la propagación de la grieta no siempre es estable a lo largo del ligamento, especialmente para las longitudes mayores donde la probabilidad de encontrar un defecto es más elevada, por lo tanto, algunos ensayos no se tomaron en cuenta.

La figura 7 muestra la gráfica del trabajo esencial de fractura (w_e) frente al porcentaje de arcilla para el EVOH y todos los compuestos preparados.

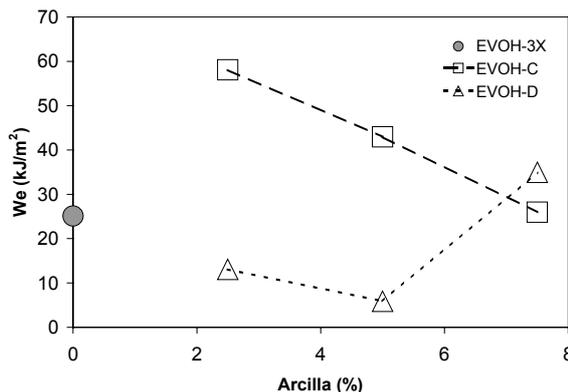


Figura 7. Evolución del trabajo esencial de fractura en función del % de arcilla.

Al agregar 2,5% de arcilla Cloisite al EVOH, se consigue incrementar la tenacidad (w_e) en un 131%, sin embargo al ir aumentando la cantidad de arcilla la tenacidad disminuye llegando a igualar a la del EVOH sin modificar. Esto puede ser debido a que la cantidad de arcilla que se consigue intercalar es más o menos independiente del porcentaje dosificado al EVOH, el exceso se encuentra agregado actuando más como un defecto que como refuerzo (figura 4).

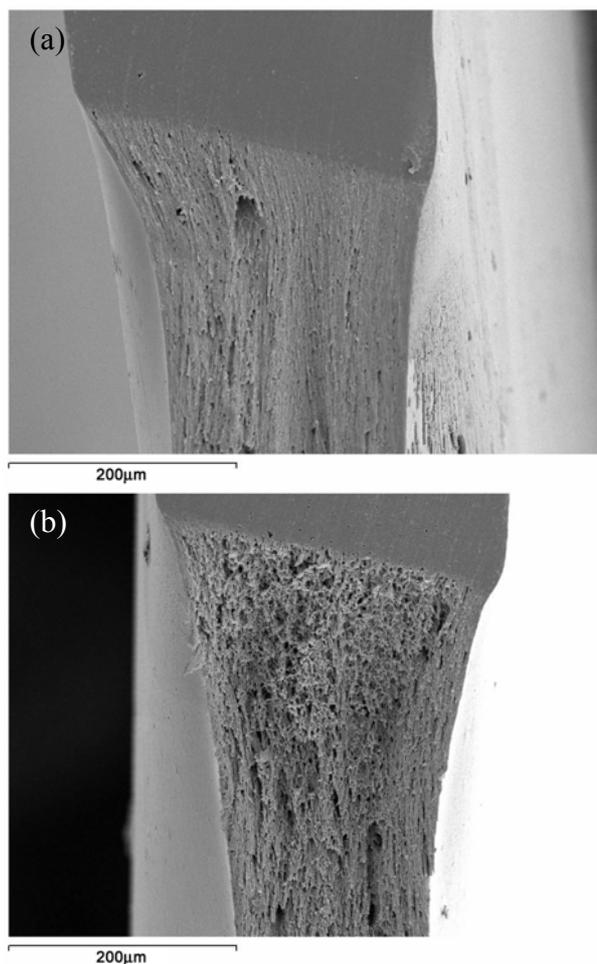


Figura 8. Micrografías MEB. a) EVOH-D 2,5 y b) EVOH-D 7,5.

Para el caso de la Dellite, el comportamiento es inverso. Los resultados de difracción de rayos X y de MEB parecen indicar que esta arcilla no se consigue alterar durante el mezclado con el EVOH, es decir, que queda agregada y además sin interacción con el EVOH debido a la naturaleza apolar del modificador (figura 1b). Por lo tanto actúa como defectos de pequeño tamaño disminuyendo la tenacidad del EVOH. No obstante, cuando aumenta el porcentaje de arcilla al 7,5% se puede producir un fenómeno de percolación. De hecho si se comparan las superficies de fractura de los materiales EVOH-D 2,5 y EVOH-D 7,5 (figura 8a y 8b respectivamente) se aprecia que el material con mayor porcentaje de arcilla (figura 8b) presenta mayor rugosidad, gran cantidad de microvacíos y también mayor estricción. Todo lo anterior justifica que el EVOH-D 7,5 presente una mejora de la tenacidad respecto al EVOH sin modificar.

4. CONCLUSIONES

De acuerdo con los resultados obtenidos, la arcilla Cloisite 30B mostró una mayor capacidad de interacción con el polímero gracias a una buena compatibilidad de los radicales hidróxilos contenidos en la arcilla con los grupos alcohol del EVOH presentando una estructura intercalada y/o exfoliada. En cambio la Dellite 67G no interacciona con la matriz de EVOH.

Se debe tomar en cuenta que varios aspectos del material repercuten en los resultados mecánicos y de fractura obtenidos: el porcentaje de humedad, el grado de degradación, el porcentaje de cristalinidad, el porcentaje de arcilla así como la interacción de ésta en el polímero, el tamaño de las partículas y la calidad del film. También influyen las condiciones de ensayo como la temperatura, la velocidad y la alineación del ligamento.

A través de los resultados a tracción se observó un aumento considerable en el módulo para el EVOH-C 2,5, mientras que para los porcentajes siguientes el módulo decrece debido a que las partículas no alcanzan una intercalación y/o exfoliación y sólo actúan como defectos que impiden una mejora en la rigidez del copolímero, igual que en el caso del EVOH-D. La tensión a la cedencia aumenta al agregar las arcillas debido a la pérdida de movilidad de las cadenas poliméricas.

Se consigue un aumento de la tenacidad del 131% cuando se agrega 2,5% de Cloisite al EVOH, para porcentajes mayores se observa el mismo comportamiento que el módulo elástico. La arcilla Dellite, a bajos porcentajes, actúa como un defecto interno del material y disminuye la tenacidad del EVOH. Con un 7,5% se mejora la tenacidad por efecto de percolación.

AGRADECIMIENTOS

Los autores agradecen al Ministerio de Ciencia y Tecnología la financiación del proyecto MAT 2003-08480-C03-02. E. Franco-Urquiza agradece al Consejo Nacional de Ciencia y Tecnología de México (CONACyT) por la concesión de una beca doctoral.

REFERENCIAS

- [1] Aucejo S., Marco C., Gavara R., *Water effect on the morphology of EVOH copolymer*, Journal of Applied Polymer Science, Vol. 74, 1999, p.1201–1206.
- [2] Lopez-Rubio A., Lagaron J.M., Hernandez-Muñoz P., *Effect of high pressure treatments on the properties of EVOH-based food packaging materials*, Innovative Food Science and Emerging Technologies 6, 51–58, 2005.
- [3] Lopez-Rubio A., Lagaron J.M., Giménez E, Cava D, Hernandez-Muñoz P, Yamamoto T, Gavara R. *Morphological Alterations Induced by Temperature and Humidity in Ethylene-Vinyl Alcohol Copolymers*, Macromolecules, Vol. 36, No. 25, 2003
- [4] Q. H. Zeng Q.H., Yu A.B., Lu G.Q., *Clay-Based Polymer Nanocomposites: Research and Commercial Development*, Journal of Nanotechnology, Vol. 5, No. 10, 2005.
- [5] Artzi N., Narkis M., Siegmann A., *Review of Melt-Processed Nanocomposites Based on EVOH/Organoclay*, Journal of Polymer Science: Part B: Polymer Physics, Vol. 43, p. 1931–1943, 2005.
- [6] Ray S.S., Okamoto M., *Polymer/Layered silicate nanocomposites: a review from preparation to processing*, Journal of Polymer Science. 28, p. 1539–1641, 2003.
- [7] Alexandre M., Dubois P., *Polymer-layered silicate nanocomposites: preparation, properties and uses of a new class of materials*, Materials Science and Engineering, 28, 2000.
- [8] Lagaron J.M., Powell AK, Bonner JG. *Permeation of water, methanol, fuel and alcohol-containing fuels in high-barrier ethylene-vinyl alcohol copolymer*. Polymer Testing, 20/5:569-77, 2001.
- [9] Norma ISO 3451-1: 1997, *Plastics: Determination of ash. Part1: General methods*.
- [10] Norma ISO 527-1 :1994, *Plastics : Determination of tensile properties. Part 1: General principles*
- [11] Moore D.R., Pavan A., Williams J.G, *Fracture Mechanics testing methods for polymers adhesives and composites*, p.177-191, 2001.
- [12] Perez E., Cerrada M.L., Pereña J.M., *Wide-Angle X-ray Diffraction Study of the Phase Behavior of Vinyl Alcohol-Ethylene Copolymers*, Macromolecules, 31, p. 2559-2564, 1998.
- [13] O.O. Santana, M. Ponçot, A. Gordillo, J. Gámez-Pérez, M.Ll. Maspocho. *Efecto de la historia termomecánica sobre el comportamiento a fractura de un copolímero EVOH*. Anales de Mecánica de la Fractura, 23, 2006.

FRACTURA DE MATERIALES COMPUESTOS

MATERIALES COMPUESTOS NANOFIBRAS DE CARBONO/POLÍMERO: PROPIEDADES MECÁNICAS Y ESTUDIO FRACTOGRÁFICO.

J.M. Gómez de Salazar¹, M.I. Barrena¹, C. Vaca¹, J.C. Foguet², G. Morales¹

¹ Dpto. CC. De Materiales e Ing. Metalúrgica. Facultad de CC. Químicas.
Universidad Complutense de Madrid, Av. Complutense s/n, 28040-Madrid, España.
E-mail: gsalazar@quim.ucm.es
Tel: 913 944 351. Fax: 913 944 357

² Plastiform Plásticos y Transformados S.A., Avda Ajalvir, s/n, Alcalá de Henares 28806-Madrid Tel.: 918 893 459.
Fax: 918 89 3518. E-mail: foguet@plastiform.es

RESUMEN

En este trabajo se preparó un material compuesto nanofibras de carbono (CNF)/resina de poliéster del 0 al 4% en peso de CNFs. Este tipo de relleno se usó para estudiar el grado de refuerzo de la matriz y para la búsqueda de nuevas propiedades eléctricas, para su aplicación en aplicaciones del automóvil. El compuesto se preparó mediante mezcla mecánica y se estudiaron propiedades mecánicas y la resistividad eléctrica. Se observó que las CNFs no mejoraron las propiedades mecánicas de la matriz. Sin embargo, las propiedades mecánicas se mantuvieron en el rango entre el 0 y el 1% en peso de CNFs. No obstante, se observó conductividad eléctrica. Se analizaron superficies de fractura mediante SEM para explicar los resultados obtenidos. Una mejora del método de preparación se cree que mejorará las propiedades mecánicas. Aún así, se encontró conductividad eléctrica suficiente para aplicaciones en la industria del transporte en las muestras preparadas de incluso sólo un 1% en peso de CNFs.

ABSTRACT

In this work, a CNF/polyester resin composite material from 0 to 4 wt% of CNF loading was prepared. This type of filler was used to study its role as a reinforcement of the polymer matrix and to look for new electrical properties, in order to be used in automotive applications. The composite material was prepared by mechanical mixing and the mechanical properties and electrical resistivity were studied. It was found that the CNFs were not able to increase the mechanical properties of the polymer matrix. However, the evaluated mechanical properties were maintained in the range of CNF loading between 0 and 1 wt%. Nevertheless, other interesting property such as electrical conductivity was observed. Surface fractures were analyzed by SEM in order to explain the results obtained. An improving of the preparation method was thought to increase the mechanical properties. Even though, in prepared samples with values of CNF loading as low as 1 wt% it was possible to find enough electrical conductivity for applications in transport industry.

ÁREAS TEMÁTICAS PROPUESTAS: Fractura de Materiales Compuestos.

PALABRAS CLAVE: Nanocomposite, propiedades mecánicas, nanofibras de carbono.

1. INTRODUCCIÓN

Tanto las nanofibras de carbono (CNFs) como los nanotubos de carbono (CNTs) han sido objeto de multitud de trabajos en los últimos tiempos. El interés en estas formas de carbono se debe a sus propiedades, que son bastante mejores que las que presentan otras fibras de carbono tradicionales. Los CNTs fueron descubiertos en 1991 [1], mientras que las fibras de carbono se conocen desde un tiempo antes [2]. Las CNFs y los CNTs presentan unas propiedades físicas y químicas muy interesantes, tales como comportamiento metálico o semiconductor [3,4] y elevada conductividad térmica y eléctrica [5]. CNFs/CNTs también presentan importantes propiedades mecánicas. Las más importantes son: módulo de Young mayor de 1 TPa [6-11] y una alta flexibilidad [12]. Estas propiedades

permiten su uso en muchas aplicaciones como nanoelectrónica, almacenamiento de hidrógeno y nanodispositivos [13].

La fabricación de materiales compuestos reforzados con CNFs/CNTs es una de las aplicaciones más importantes usando diferentes materiales como matriz [14,15]: metálicas [16,17], cerámicas [18-20] y polímeros. Los compuestos de matriz polimérica es un campo de estudio muy prometedor [21], debido a la cantidad de polímeros que pueden ser utilizados como matriz para obtener diferentes y específicas propiedades. Los polímeros termoplásticos (policarbonato, poliamidas o ABS) se usan normalmente para compuestos reforzados con fibra de vidrio para aplicaciones con resistencia al impacto como paragolpes o capós.

Estos compuestos de matriz polimérica han sido ampliamente estudiados. Sin embargo, los compuestos con matriz de poliéster no han sido tan estudiados. Este tipo de resina está muy extendida y, debido a su precio y sus propiedades puede ser utilizada para aplicaciones generales del transporte. Las CNFs van a dar a la matriz diferentes propiedades eléctricas y mecánicas. Los polímeros no son normalmente conductores, pero el uso de CNFs como relleno aumentará la conductividad permitiendo un gran número de aplicaciones.

En este trabajo, se fabricaron nanocomposites CNF/polímero usando el método de molde abierto con mezcla mecánica de la resina y las CNFs. Se usaron porcentajes variables de CNFs para estudiar la influencia de la carga en las propiedades mecánicas y eléctricas del material compuesto.

2. PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL

2.1 Materiales

La resina usada en la fabricación del compuesto fue una resina de poliéster isoftálica conocida comercialmente como Crystic 199, y fabricada por Scott Bader. La resina tiene una viscosidad de 0.6 Pa·s y una densidad de 1100 kg·m⁻³. Como catalizador se usó peróxido de metilcetona fabricado por Plastiform SA y las CNFs que se utilizaron como refuerzo fueron producidas por Grupo Antolín Ingeniería SA [22]. Las CNFs fueron producidas por el método del catalizador flotante. En esta técnica, los catalizadores metálicos se introducen junto con hidrocarburos gaseosos continuamente por la parte superior de la cámara de reacción. El catalizador desciende por el horno y los hidrocarburos se descomponen en su superficie haciendo crecer y engrosando las CNFs. El proceso se realiza a una temperatura entre 1050 y 1100°C. Los catalizadores pueden ser Fe, Ni o Co y la fuente de carbono gas natural, hexano o acetileno. Las CNFs obtenidas por este método tienen un diámetro entre 20 y 80 nm y una relación de aspecto mayor que 100. Una vez fuera del horno, las nanofibras son tratadas térmicamente para eliminar los aromáticos presentes en la superficie de las nanofibras.

2.2 Preparación de las muestras.

Las CNFs recibidas fueron lavadas primeramente en acetona durante 10 minutos en ultrasonidos para eliminar cualquier resto de aromáticos. Posteriormente fue evaporada la acetona en estufa a 70°C durante 24 horas. Para preparar las muestras, las CNFs se mezclaron con la resina y fueron agitadas mecánicamente durante 30 minutos. Posteriormente, fue añadido un 2% de catalizador de la resina. La mezcla fue homogeneizada durante 5 minutos y fue colada en molde abierto para curarse a temperatura ambiente. Una vez que las muestras curaron fueron post-curadas a 50°C durante 24 horas. La carga de CNFs utilizada está entre

0.15 y 4% en peso. También se prepararon muestras sin carga para poder comparar resultados.

2.3 Medidas.

Para conocer la influencia del porcentaje de CNFs en las propiedades mecánicas y eléctricas se realizaron distintos ensayos, en al menos 3 probetas cada uno. El ensayo de flexión a tres puntos se realizó en una máquina universal de ensayos con una célula de carga de 10 kN (DY34, Adamel Lhomargy) y software de gestión de datos (Servosis SA). Las probetas de flexión se fabricaron con unas medidas de 80 x 10 x 3 mm y el ensayo se realizó a una velocidad de 0.02 mm·s⁻¹, según la norma ISO 178. Los ensayos de tracción se realizaron mediante el ensayo de tracción indirecta (ensayo brasileño) usando una máquina universal de ensayos de 10 Tn. (Servosis SA). Las probetas eran cilíndricas y sus dimensiones 24 x 16 mm (diámetro x espesor). Las probetas se ensayaron hasta rotura a una velocidad de 0.02 mm·s⁻¹.

Se estudiaron las superficies de fractura de las probetas de los ensayos de tracción indirecta mediante microscopía electrónica de barrido (SEM) tras un metalizado con oro de las superficies. El estudio se realizó en un microscopio JEOL 6400.

Finalmente, la conductividad se midió con un megaóhmetro Fluke 1520, pintando con plata las zonas de contacto con los electrodos para minimizar la resistencia de contacto.

RESULTADOS Y DISCUSIÓN

Los valores de tensión máxima a flexión y módulo de elasticidad a flexión obtenidos en el ensayo de flexión a tres puntos se muestran en las figuras 1a y 1b respectivamente.

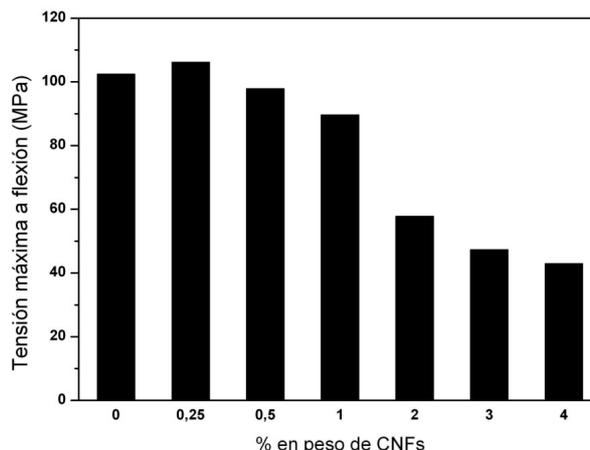


Figura 1a. Tensión máxima a flexión

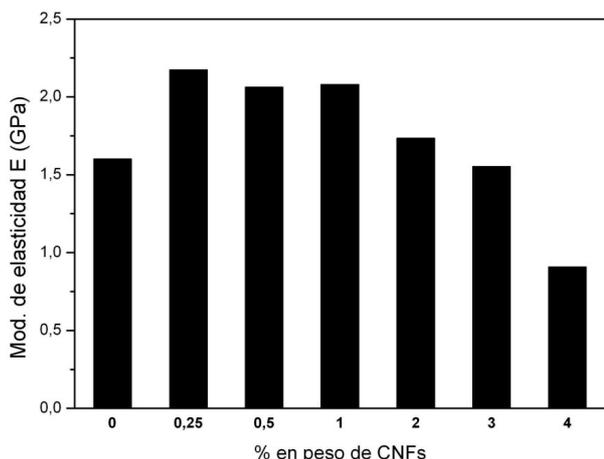


Figura 1b. Módulo de elasticidad a flexión

El módulo de elasticidad de a flexión se calcula mediante la expresión (1).

$$E = \frac{L^3}{4} \cdot \frac{\Delta P}{\Delta x} \cdot \frac{1}{b \cdot h^3} \quad (1)$$

donde L (mm) es la distancia entre apoyos, P (N) es la fuerza aplicada, x es la deformación y b y h (mm) son la anchura y espesor de la probeta respectivamente.

La representación de la tensión máxima a rotura frente a la carga de CNFs se puede dividir en dos partes: la resina y compuestos con carga menor o igual al 1% en peso y compuestos con una carga de CNF mayor que el 1% en peso. La probetas con bajo contenido en CNFs ($\leq 1\%$ en peso) mantienen aproximadamente el valor de tensión máxima a flexión que la muestra de resina sin carga de CNFs (valor de referencia). Sin embargo este valor se reduce en un 50% cuando la carga pasa del 1% en peso.

Por otro lado, los valores del módulo de elasticidad a flexión parecen seguir otro comportamiento. El módulo de elasticidad a flexión se incrementa respecto a valor de referencia cuando la carga es 0.25% en peso y a partir de este valor, el módulo de elasticidad a flexión se reduce gradualmente hasta la muestra de 4% en peso que es la que ofrece un menor valor.

Para explicar los valores obtenidos, se realizó un estudio fractográfico mediante SEM. En la figura 2 se muestran las superficies de fractura de compuestos con diferentes cargas de CNFs. La figura 2a se muestra la superficie de fractura de una muestra de resina sin carga de CNFs. En esta imagen se puede ver una superficie con líneas rectas donde el polímero se fracturó. Los finos hilos de polímero fueron causados por la deformación plástica de

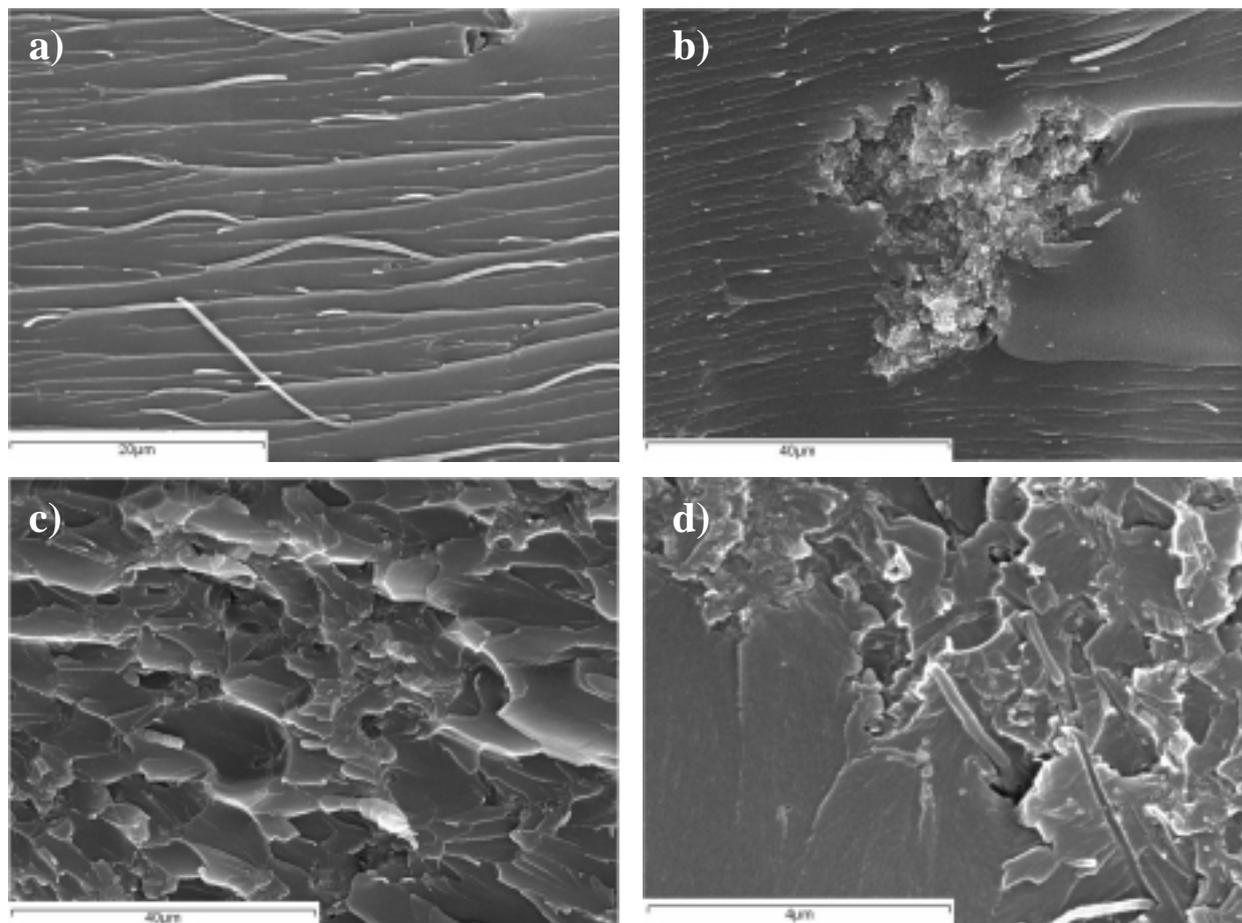


Figura. 2. Superficies de fractura de materiales compuestos CNF/resina de poliéster donde se observan los diferentes mecanismos de rotura

la matriz de polímero, lo que es típico del comportamiento a fractura de este tipo de materiales.

En muestras con un bajo contenido en CNFs (1% en peso o menor) la propagación de grietas se ve interrumpida por la presencia de cúmulos de CNFs (Figura 2b, 0.5% de CNFs). Debido a estos cúmulos, se obstaculiza la transferencia de carga y por tanto se impide la propagación de grietas. Debido a esta dificultad, la tensión máxima a flexión se mantiene en este rango de carga de CNFs (0-1%). En los casos en los que la carga de CNFs es del 2% en peso o mayor, el mecanismo de fractura es distinto. En la figura 2c (3% de CNFs) se puede ver que la superficie de fractura no es tan plana como en la imagen 2b. Este mayor contenido de CNFs produce la aparición generalizada de pull-outs (Fig 2d) en toda la muestra, lo que reduce la resistencia del material compuesto, al mismo tiempo que estos cúmulos pueden actuar como puntos para la nucleación de grietas. La presencia de marcas de pull-out implica que tanto la matriz como las CNFs no están unidas correctamente, y por lo tanto el papel de refuerzo de del relleno no se cumple. Sin embargo, la variación del módulo de elasticidad a flexión es más gradual debido a debido a la rigidez similar ($\Delta P/\Delta x$) que presentan las probetas con distintas cargas de CNFs.

Se realizó el ensayo de tracción indirecta debido a la dificultad para realizar un ensayo de tracción con un material tan frágil como el estudiado, por el tipo de polímero utilizado. Los valores de tensión máxima a rotura (UTS) obtenidos se pueden ver en la figura 3 y se

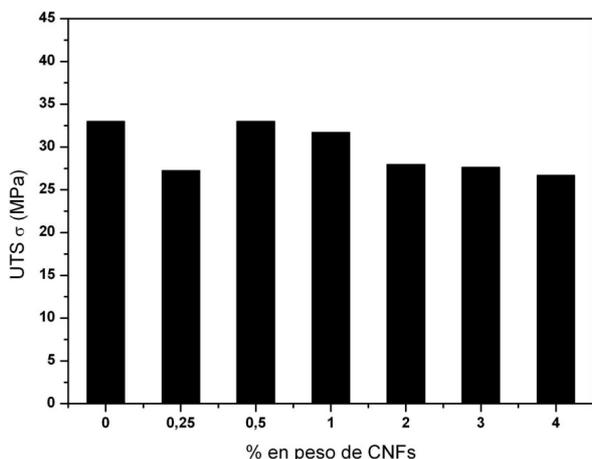


Figura. 3. Tensión máxima a rotura

calcularon por la ecuación (2).

$$\sigma(UTS) = \frac{2 \cdot F}{\pi \cdot D \cdot e} \quad (2)$$

donde F (N) es la tensión y D (mm) y e (mm) son el diámetro y el espesor de la probeta ensayada respectivamente. El resultado de esta ecuación es el 75% del valor de UTS real, por lo que hay que calcular el 100% que es el valor representado.

Los valores de UTS obtenidos fueron muy similares entre ellos (27-34 MPa) en todas las probetas estudiadas. Las diferencias explicadas anteriormente en las superficies de fractura para muestras con alto y bajo contenido en CNFs no parecen tener influencia en el caso del ensayo tracción indirecta.

También se midió la resistencia eléctrica para estudiar la posible existencia de conductividad eléctrica. Para confirmar la existencia de tendencias en el comportamiento eléctrico, se preparó una muestra adicional con el 5% en peso de CNFs. En la figura 4 se pueden ver los valores de resistividad eléctrica obtenidos en función de la composición de las muestras.

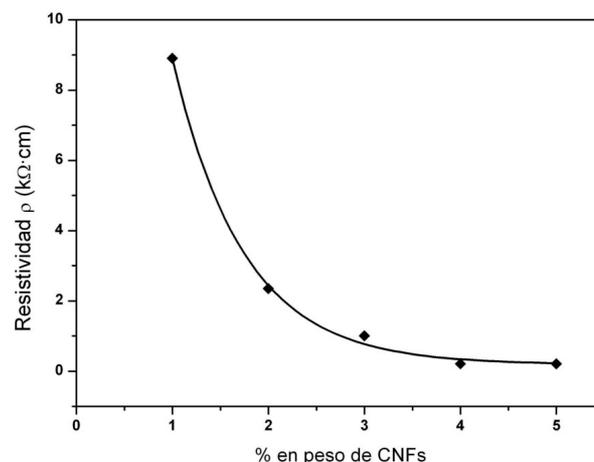


Figura. 4. Resistividad vs. % en peso de CNFs

La resistividad ($\Omega \cdot \text{cm}$) se calculó a partir de la resistencia eléctrica medida mediante la ecuación (3).

$$\rho = \frac{R \cdot A}{l} \quad (3)$$

Donde R (Ω) es la resistencia eléctrica, A (cm^2) es la sección de la probeta y l (cm) es la distancia entre los contactos. Como se puede ver en la figura 4, la resistividad está claramente influida por la carga de CNFs que presente el material compuesto. La matriz del compuesto es un aislante, y las CNFs son buenas conductoras, por lo que el material compuesto disminuye su resistividad al aumentar el contenido de CNFs. Para cargas menores del 1% en peso de CNFs, la resistencia eléctrica era demasiado alta para ser medida con el equipo utilizado (mayor de 4000 M Ω). La reducida resistividad encontrada implica que debe haber CNFs en contacto a lo largo de toda la muestra, lo que permite el proceso de conducción.

4. CONCLUSIONES

Como es sabido, este tipo de materiales compuestos tiene un gran futuro y un enorme número de posibles aplicaciones. Esto es aún más interesante usando una

resina tan barata y común como matriz como es la resina de poliéster.

Este trabajo ha demostrado que aunque las propiedades mecánicas no han mejorado las propiedades de la matriz, hay otras propiedades como la conductividad que se deben tener en cuenta. Incluso con cargas de CNFs tan bajas como el 1% en peso las propiedades eléctricas son muy interesantes para muchas aplicaciones.

El trabajo futuro, estará encaminado a mejorar la dispersión de las CNFs en la matriz para mejorar las propiedades mecánicas y eléctricas evitando la aparición de los cúmulos de CNFs, así como el proceso de postcurado.

REFERENCIAS

- [1] Iijima S. "Helical microtubules of graphitic carbon". *Nature* 354, pag. 56–8, 1991.
- [2] Endo M., Koyama T. "Preparation of carbon fiber by vapor phase method" Japanese Patent 58-180615, 1983.
- [3] Dai H., Wong E.W., Lieber C.M. "Probing electrical transport in nanomaterials: conductivity of individual carbon nanotubes". *Science* 272, pag 523–6, 1996
- [4] Ebbesen T.W., Lezec H.J., Hiura H., Bennett J.W., Ghaemi H.F., Thio T. "Electrical conductivity of individual carbon nanotubes". *Nature* 382, pag 54-5, 1996
- [5] Merino C., Soto P., Vilaplana-Ortego E., Gómez de Salazar J.M., Pico F., Rojo J.M. "Carbon nanofibres and activated carbon nanofibres as electrodes in supercapacitors". *Carbon* 40, pag. 551-557, 2005.
- [6] Yakobson B.I., Brabec C.J., Bernholc J. "Nanomechanics of carbon tubes: instabilities beyond linear response". *Phys Rev Lett* 76, pag 2511–4, 1996.
- [7] Lu J.P. "Elastic properties of carbon nanotubes and nanoropes". *Phys Rev Lett* 79, pag 1297–300, 1997.
- [8] Wong E.W., Sheehan P.E., Lieber C.M. "Nanobeam mechanics: elasticity, strength, and toughness of nanorods and nanotubes". *Science* 277, pag 1971–5, 1997.
- [9] Cornwell C.F., Wille L.T. "Elastic properties of single-walled carbon nanotubes in compression". *Solid State Commun* 101, pag 555–8, 1997.
- [10] Ajayan P.M., Stephan O., Colliex C., Trauth D. "Aligned carbon nanotube arrays formed by cutting a polymer resin-nanotube composite". *Science* 265, pag 1212–4, 1994.
- [11] Treacy M.J., Ebbesen T.W., Gibson J.M. "Exceptionally high Young's modulus observed for individual carbon nanotubes". *Nature* 381, pag 678–80, 1996.
- [12] Despres J.F., Daguerre E., Lafdi K. "Flexibility of graphene layers in carbon nanotubes". *Carbon* 33, pag 87–9, 1995.
- [13] Gupta R.K., Dwivedy I. "International patenting activity in the field of carbon nanotubes". *Curr Appl Phys* 5, pag 163–170, 2005.
- [14] Thostenson E.T., Ren Z., Chou T-W. "Advances in the science and technology of carbon nanotubes and their composites: a review". *Compos Sci Tech* 61, pag 1899–912, 2001
- [15] Lau K.T., Hui D. "The revolutionary creation of new advanced materials—carbon nanotube composites". *Compos Part B: Eng* 33, pag 263-77, 2002.
- [16] Kuzumaki T., Miyazawa K., Ichinose H., Ito K. "Processing of carbon nanotube reinforced aluminium composite". *J Mat Research* 13, pag 2445–9, 1998.
- [17] Xu C.L., Wei B.Q., Ma R.Z., Liang J., Ma X.K., Wu D.H. "Fabrication of aluminum-carbon nanotube composites and their electrical properties". *Carbon* 37, pag 855–8, 1999.
- [18] Peigney A., Laurent Ch., Flahaut E., Rousset A. "Carbon nanotubes in novel ceramic matrix nanocomposites". *Ceram Int* 26, pag 677–83, 2000.
- [19] Flahaut E., Peigney A., Laurent Ch., Marlière Ch., Chastel F., Rousset A. "Carbon nanotube-metal-oxide nanocomposites: microstructure, electrical conductivity and mechanical properties". *Acta Mater* 48, pag 3803–12, 2000.
- [20] Peigney A., Flahaut E., Laurent Ch., Chastel F., Rousset A. "Aligned carbon nanotubes in ceramic-matrix nanocomposites prepared by high-temperature extrusion". *Chem Phys Lett* 352, pag 20–5, 2002.
- [21] Andrews R., Weisenberger M.C. "Carbon nanotube polymer composites". *Curr Opin Solid St M* 8, pag 31–37, 2004.
- [22] Merino C., Soto P. "Furnace and procedure of carbon fibres, and the fibre thus obtained" European patent application 04381014, 2005.

MEDIDA DE LA TENACIDAD DE FRACTURA A PARTIR DE ENTALLAS EN CARBUROS CEMENTADOS WC-Co

Y. Torres, R. Bermejo, L. Llanes, M. Anglada

Universitat Politècnica de Catalunya, Departament de Ciència dels Materials i Enginyeria Metal·lúrgica; Avda. Diagonal, 647, 08028 Barcelona.

E-mail: yadir.torres-hernandez@upc.edu

Tfno: 93 405 44 54. Fax: 93 401 67 06

RESUMEN

La tenacidad de fractura experimental de carburos cementados (WC-Co) determinada en probetas de flexión con entalla en forma de V (SEVNB) depende del radio de la entalla y de la curva-R del material. En este trabajo se ha medido la tenacidad de fractura aparente en probetas SEVNB utilizando diferentes calidades de carburos cementados y se han determinado los radios mínimos de los fondos de entalla por debajo de los cuales la tenacidad de fractura aparente permanece constante y concuerda con la obtenida mediante grietas de ángulo de fondo de entalla muy agudo generadas por fatiga. Los resultados obtenidos dependen del camino libre medio de la fase ligante de cobalto, λ_{Co} , y del apantallamiento máximo y se analizan siguiendo un modelo teórico en el cual se asume que en el fondo de la entalla existe siempre una grieta pequeña del orden de la unidad microestructural. Los resultados indican que a medida que aumenta el tamaño de los defectos que se originan en el fondo de la entalla durante el mecanizado ($\propto \lambda_{Co}$) y/o el material presenta mayor curva-R, aumenta el valor del radio de curvatura característico necesario para determinar la tenacidad de fractura aparente del plateau. De esta forma, se consigue una mayor aplicabilidad del método SEVNB para evaluar la tenacidad de fractura de materiales frágiles.

ABSTRACT

The experimental fracture toughness of cemented carbides (WC-Co) determined on single edge V-notch beam (SEVNB) specimens depends on both the notch radius and the material R-curve. In this work the apparent fracture toughness evaluated in SEVNB specimens using different grades of cemented carbides has been measured. The minimum notch radius below which apparent fracture toughness reaches a constant value has been determined, showing a good agreement with the value obtained for sharp notched specimens with pre-cracks induced by fatigue. The results for fracture toughness as a function of the mean free path of the cobalt phase, λ_{Co} , and the maximum shielding value, are analysed following a theoretical approach which assumes the existence of a small crack at the notch tip of the order of the microstructural size. The experimental findings allow indicating that the increase in size of defects originated at the notch tip during machining and/or the presence of R-curve raises the characteristic notch radius necessary for determining the plateau apparent fracture toughness, yielding as a result a more feasible SEVNB method for the evaluation of the real fracture toughness of brittle materials.

ÁREA TEMÁTICA PROPUESTA: Fractura de Materiales Compuestos.

PALABRAS CLAVE: Tenacidad de fractura, efecto de entalla, curva-R.

1. INTRODUCCIÓN

La mayoría de las metodologías utilizadas para evaluar la tenacidad de fractura en materiales frágiles requiere la presencia de grietas finas y pasantes que se inician a partir de una entalla [1-5] (ver figura 1). En estos casos el factor de intensidad de tensiones, K^* , viene dado por la ecuación (1) y es válido solo si la longitud de la fisura presente delante de la entalla, l , es mucho mayor que el radio de la entalla, R .

$$K^* = \sigma_{bend} \sqrt{\pi(a_0 + l)} F_{bend} \left(\frac{a}{W} \right) \quad (1)$$

Sin embargo, las técnicas de prefisuración son costosas (recursos humanos y medios), dependen marcadamente de la pericia del especialista, son poco reproducibles y es complicado medir con exactitud la longitud de la grieta. Cuando no se puede detectar una fisura, el factor de intensidad de tensiones aparente, \hat{K} , se obtiene asumiendo la longitud de la entalla, a_0 , igual a la de la grieta [6] y se determina por la siguiente expresión:

$$\hat{K} = \sigma_{bend,max} \sqrt{\pi a_0} F_{bend} \left(\frac{a_0}{W} \right) \quad (2)$$

2. INFLUENCIA DE LA ENTALLA Y DE LA CURVA-R

La aplicación efectiva de la Mecánica de la Fractura Elástica Lineal (MFEL) requiere la presencia de una grieta. Consideremos entonces el caso de una grieta pequeña delante de una entalla finita. Fett y Munz [7] han propuesto la siguiente expresión para describir el factor de intensidad de tensiones, K , de una fisura delante de la punta de una entalla:

$$\frac{K}{K^*} = \tanh\left(2.243\sqrt{\frac{l}{R}}\right) \quad (3)$$

Esta relación se representa en la figura 2 (nótese que $\tanh x \approx x$ para $x \ll 1$ y $\tanh x \rightarrow 1$ cuando $x \rightarrow \infty$). A partir de ésta se obtiene que para valores de $l > 1.5R$ el efecto del radio de la entalla deja de tener importancia.

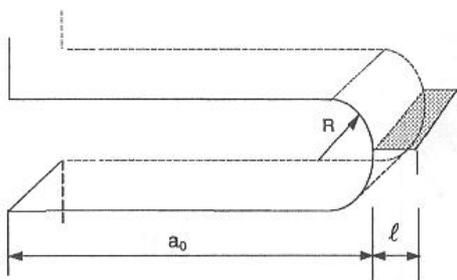


Figura 1. Esquema de una grieta pasante delante de una entalla.

Combinado las expresiones (1) – (3), se llega a una relación que puede utilizarse para evaluar la tenacidad de fractura de geometrías formadas por una entalla con una grieta pasante delante de la misma [8]:

$$K \approx \hat{K} \tanh\left(2.243\sqrt{\frac{l}{R}}\right) \quad (4)$$

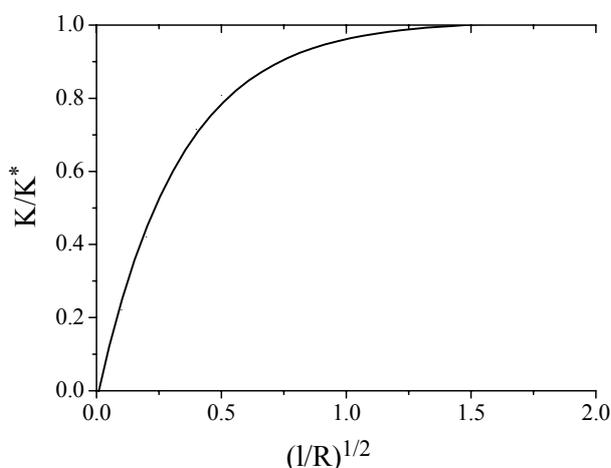


Figura 2. Variación de la relación K/K^* vs. $\sqrt{l/R}$.

Sin embargo, en materiales que experimentan un comportamiento de curva-R, el campo de tensiones

total, K_{total} , viene dado por la superposición del factor de intensidad de tensiones aplicado, K_{appl} , y el de apantallamiento, K_{sh} . Este último varía con la extensión de la fisura hasta alcanzar un valor máximo de saturación $K_{sh, max}$. Una expresión sencilla de K_{sh} válida para los carburos cementados WC-Co es:

$$K_{sh} = K_{sh, max} \left[1 - \exp\left(-\frac{\Delta a}{\beta}\right) \right] \quad (5)$$

3. CRECIMIENTO DE GRIETAS A PARTIR DE UNA ENTALLA EN WC-Co

Los carburos cementados tradicionales, **WC-Co**, son una familia de materiales compuestos constituidos por partículas cerámicas (WC) unidas por un ligante metálico (Co). Las características que definen su microestructura son la fracción de volumen y las dimensiones físicas de cada una de las fases (el tamaño de carburo medio, d_{WC} y el camino libre medio de la fase ligante, λ_{Co}). En el metal duro, el mecanismo de aumento de tenacidad más importante son los ligamentos metálicos intactos entre las superficies de la fisura en los puntos cercanos a la punta. Observaciones experimentales indican que el tamaño de esta zona es del orden de 4 ó 5 veces d_{WC} [9].

Si se considera este hecho y el tamaño relativamente fino de la microestructura, se puede entender que el comportamiento de curva-R en WC-Co se desarrolle exhibiendo una pendiente inicial pronunciada. Este hecho justifica la utilización de la expresión (5) para representar la variación del K_{sh} en estos materiales (ver figura 3). En esta modelización, los valores de β se toman iguales a $2\lambda_{Co}$, mientras que el apantallamiento máximo se estima a partir de resultados experimentales obtenidos con probetas de flexión con entalla simple prefisuradas en compresión cíclica [10]. Los valores de los parámetros microestructurales y de $K_{sh, max}$, para las tres calidades de metal duro investigadas, se recogen en la tabla 1.

En la figura 4 se muestran la variación del factor de intensidad de tensiones total normalizado por la tenacidad de la fase WC, K_{I0} ($7,1 \text{ MPam}^{1/2}$ [11]), con l/R . En este trabajo, se considera que la longitud inicial de la fisura delante de la entalla, l_0 , igual a λ_{Co} , lo cual está avalado por trabajos previos encontrados en la literatura en los que se establece que la longitud de la fisura es proporcional a las dimensiones de las unidades microestructurales. Esta “grieta pequeña” se asume que se forma en los defectos del material o por el daño de mecanizado. En estas gráficas también se incorporan los radios de entalla críticos, R_c (ver curvas de líneas discontinuas), lo cuales se definen como los valores de R para los cuales el K_{total}/K_{I0} tiende a la unidad cuando l sale de la influencia del radio de la entalla. A modo de resumen, en la tabla 1 se muestran todos los valores de

R_c y los crecimientos subcríticos de las fisuras, $l-l_0$, para los casos y materiales analizados.

En la figura 5 se presenta la influencia de la magnitud máxima del apantallamiento en el radio de entalla crítico. Por su parte, en la figura 6 se ilustra como varía la magnitud del crecimiento estable de la fisura con el radio de la entalla. En esta última también se incorporan los crecimientos asociados a los correspondientes R_c .

Finalmente, en la tabla 2 se presentan los valores de tenacidad de fractura experimentales para diferentes radios de curvatura de entalla, en las calidades de WC-Co investigadas. Además, se añaden los valores de tenacidad estimados considerando el efecto del radio de la entalla, l_0/R y el crecimiento estable, de la grieta antes que ocurra la fractura, $(l_0+\Delta a)/R$.

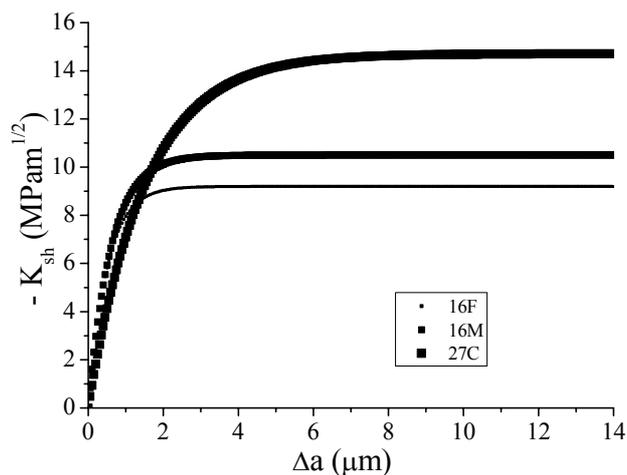


Figura 3. Variación del K_{sh} para las tres calidades de WC-Co investigadas.

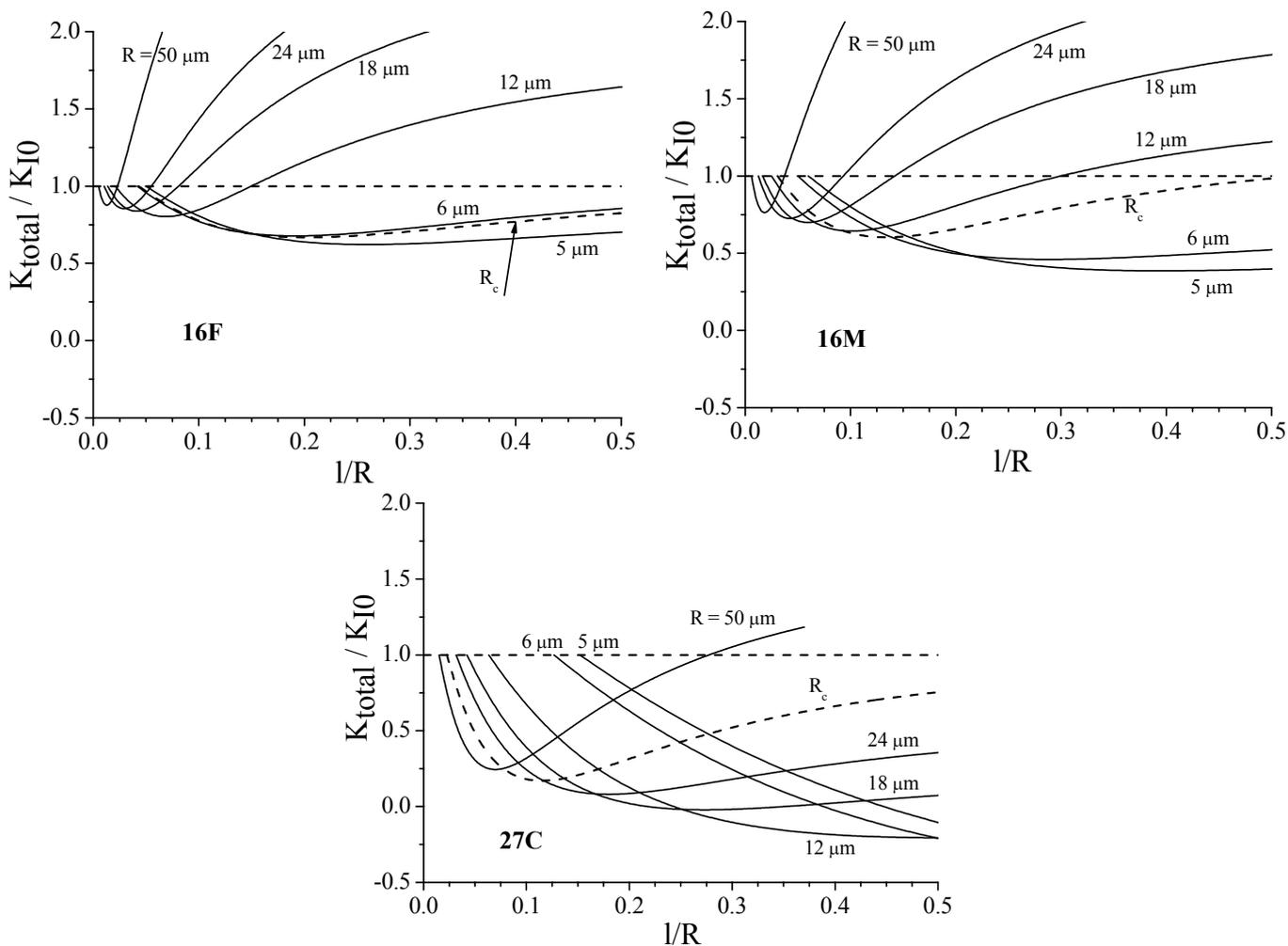


Figura 4. Influencia del radio de la entalla en el factor de intensidad de tensiones total normalizado para los materiales investigados para una longitud inicial de fisura $l_0 = \lambda_{Co}$.

Tabla 1. Parámetros microestructurales, $K_{sh,max}$, R_c y crecimientos estables de las fisuras.

	d_{WC} (μm)	$l_0 = \lambda_{Co}$ (μm)	$-K_{sh,max}^{1)}$ ($MPam^{1/2}$)	$\Delta a_{exp}^{2)}$ (μm)	R_c (μm)	Crecimientos de las fisuras, $l-l_0$ (μm)						
						R_c	Radios de curvatura, R (μm)					
							5	6	12	18	24	50
16F	0,50	0,25	9,2	2 – 2,5	5,8	1,1	1,1	1,0	0,7	0,7	0,5	0,4
16M	1,06	0,30	10,5	4,2 – 5,3	9,8	1,3	1,8	1,7	1,0	0,9	0,8	0,7
27C	1,66	0,76	14,7	6,6 – 8,3	33,5	3,2	7,4	7,3	6,0	4,1	3,9	3,1

¹⁾ Valores estimados a partir de los resultados experimentales obtenidos con probetas SENB - prefisuradas por compresión cíclica [10].

²⁾ A partir de observaciones experimentales del tamaño de la zona de apantallamiento [9].

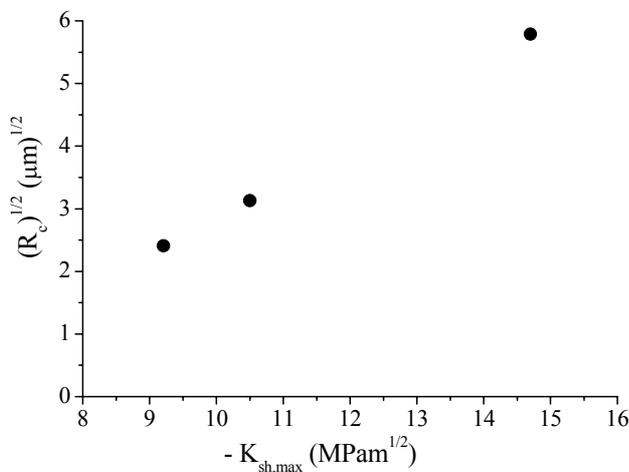


Figura 5. Influencia del apantallamiento en el radio de entalla crítico.

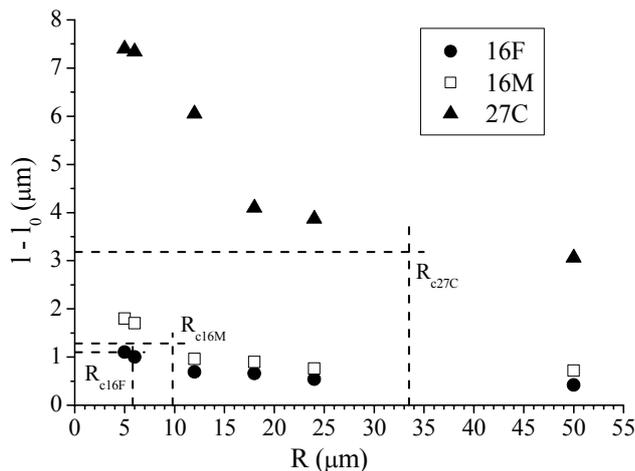


Figura 6: Influencia del radio de curvatura en el crecimiento estable de la fisura.

Tabla 2. Tenacidades de fractura determinadas a partir de entallas: aparente, \hat{K} , con presencia de una fisura sin curva R , y efecto de la existencia de curva R .

	R_{exp} (μm)	$\hat{K}^{1)}$ (MPa)	$K^{2)}$ (MPa)	$K^{3)}$ (MPa)
16F	9,5	14,6	5,1	9,8
	22,5	19,1	4,4	7,8
	34	28,3	4,4	7,2
16M	7,5	13,4	5,6	10,6
	9,5	14,8	5,6	10,7
	11,5	15,0	5,2	9,6
	35	20,6	4,2	7,6
27C	9	15,0	8,6	14,5
	15	16,3	7,6	14,6
	18,5	17,0	7,2	14,2
	22,5	17,8	6,9	14,0
	25	18,2	6,8	13,9

¹⁾ Resultados experimentales obtenidos a partir de la ecuación 2.

²⁾ Valores estimados con la ecuación 4 [($l = l_0 = \lambda_{Co}$) y R_{exp}].

³⁾ Valores estimados con la ecuación 4 [($l = l_0 = \lambda_{Co} + \Delta a$) y R_{exp}].

4. ANÁLISIS DE LOS RESULTADOS

La hipótesis departida es que delante de las puntas de las entallas en los materiales frágiles existen microfisuras de longitud como mínimo igual a la unidad microestructural que en el caso presente consideramos que es el camino libre medio en la fase cobalto. En materiales sin mecanismos de aumento de tenacidad ($K_{sh,max} = 0$), es suficiente mecanizar una entalla con un radio de curvatura inferior a un valor crítico para poder considerar al conjunto entalla + fisura como una grieta ($l > 1.5R$). Por consiguiente, en materiales con una microestructura gruesa es posible que se cumpla la condición anterior, mientras que en materiales con microestructuras muy finas es necesario considerar los efectos descritos y en este caso será necesario utilizar metodologías de mecanizado que permitan crear grietas muy pequeñas en el fondo de la entalla [12]. Sin

embargo, esta condición no es suficiente en materiales que experimentan un pronunciado comportamiento de curva-R (como es el caso de los WC-Co) debido a que la fisura delante de la entalla crece establemente antes de que ocurra la fractura.

A partir de los resultados mostrados en las figuras 5 y 6 se pueden extraer las siguientes observaciones importantes: 1) el radio de curvatura crítico de la entalla, por debajo del cual la tenacidad de fractura aparente se mantiene constante, y el crecimiento subcrítico de la fisura aumentan con λ_{Co} (es decir, con el apantallamiento), y 2) el crecimiento subcrítico disminuye con el radio de curvatura de la entalla. En este trabajo se han estimado los radios de entallas críticos asumiendo una grieta inicial de longitud igual al camino libre medio de la fase ligante. Sin embargo, debemos destacar que si en el fondo de la punta de la entalla existiese una fisura de longitud mayor que λ_{Co} , entonces el radio crítico de la entalla también sería mayor. La correlación directa entre el radio crítico de la entalla tanto con el tamaño de grano como con el efecto de curva-R (papel de los ligamentos de cobalto) mostrada en este trabajo, concuerda con las observaciones experimentales en otros materiales de Damani et al. [12,13] y Fett [8].

Por otra parte, los valores mostrados en la tabla 2 permiten indicar que: 1) los valores experimentales de la tenacidad de fractura aparente aumentan con el radio de curvatura independientemente del WC-Co analizado, siendo el efecto menor a medida que aumenta λ_{Co} , y 2) si consideramos que la fractura ocurre a partir de una grieta pequeña de longitud igual a λ_{Co} , los valores de K se ven siempre subestimados. Esto se puede explicar fácilmente ya que aunque se pudiera cumplir la condición $l > 1.5R$ (lo cual no ocurre en los WC-Co investigados, debido a su fina microestructura), debe considerarse el comportamiento de curva-R inherente a estos materiales. Si se tiene en cuenta el apantallamiento (crecimiento estable de la fisura) se obtienen valores de tenacidad de fractura que concuerdan con los resultados correctos obtenidos a partir de grietas grandes. Es interesante destacar, que cuando el radio de la entalla utilizado supera al valor crítico estimado (aún considerando el efecto de curva-R) los resultados de tenacidad son incorrectos.

5. CONCLUSIONES

El radio de curvatura crítico por debajo del cual la tenacidad de fractura aparente \hat{K} permanece constante aumenta con la longitud inicial de la grieta y con el papel de los ligamentos de cobalto (apantallamiento). La implementación efectiva del método de la entalla en V (SEVNB) es más realista o viable en materiales que experimenten un pronunciado comportamiento de curva-R. Además, en estos casos a medida que aumenta el apantallamiento se pueden mecanizar radios de curvatura mayores. Sin embargo, resulta imprescindible evaluar correctamente el efecto del radio de la entalla y

del apantallamiento en la medida de la tenacidad de fractura del material.

AGRADECIMIENTOS

Los autores de este trabajo quieren agradecer al Ministerio de Ciencia y Educación de España por el soporte de este trabajo a través del proyecto MAT2005-01168.

BIBLIOGRAFÍA

- [1] Pickens, J. R. y Gurland, J., Mater. Sci. Eng., 33, pp. 135-42 (1978).
- [2] Sadahiro, T. y Takatsu, S., Mod. Dev. Powder Metall., 14, pp. 561-72 (1980).
- [3] Munz, D., Bubsey, R. T. y Shannon, J. L., J. Am. Ceram. Soc., 63, pp. 300-5 (1980).
- [4] Iizuka H. y Tanaka M. J. Mater. Sci., p. 4394 26 (1991).
- [5] Pancheri, P., Bosetti, P., Dal Maschio, R. y Sglavo, V. M., Eng. Fract. Mech., 59, pp. 447-56 (1998).
- [6] Kübler, J., Cer. Eng. Sci. Proc., 18, pp. 155-62 (1997).
- [7] Fett, T. and Munz, D., Computational Mechanics Publications, Southampton, 1997.
- [8] Fett, T., J. Eur. Ceram. Soc., 25, pp. 543-47 (2005).
- [9] Sigl, L.S. y Exner, H.E., Metall. Trans. A, 18A, pp. 1299-308 (1987).
- [10] Torres, Y., Casellas, D., Anglada, M. y Llanes, L., Int. J. Refract. Met. Hard Mater., 19, pp. 27-34 (2001).
- [11] Llanes, L., Torres, Y. y Anglada, M., Acta Mater., 50, pp. 2381-93 (2002).
- [12] Damani, R., Gstrein, R. y Danzer, R., J. Eur. Ceram. Soc., 16, pp. 695-702 (1996).
- [13] Damani, R. J., Schuster, C. y Danzer, R., J. Eur. Ceram. Soc., 17, pp. 1685-89 (1997).

PROPIEDADES MECÁNICAS DE MATERIALES SANDWICH EN FUNCIÓN DE SU CONFIGURACIÓN

A.Valea; I.Mondragón; M.L. González

Departamento de Ingeniería Química y del Medio Ambiente
Universidad del País Vasco/Euskal Herriko Unibertsitatea, UPV/EHU
Escuela Universitaria de Ingeniería Técnica Industrial de Bilbao
Plaza La Casilla nº 3; BILBAO 48012
iapvapea@lg.chu.es

RESUMEN

En este trabajo se ha planificado la construcción de estructuras sandwich constituidas por un núcleo de espuma de PVC de celda cerrada. Sobre él se han laminado las pieles compuestas por resinas de poliéster insaturado ortoftálico reforzado con fibra de vidrio tipo E de dos presentaciones diferentes, una de ellas un mat de 300g/m² y otro un roving sin torsión de 300 g/m² paralelo obtenido de un tejido. Con ambos tipos de refuerzo se han hecho diferentes configuraciones. Sobre los sandwich preparados se han realizado diferentes ensayos.

ABSTRACT

In this work we have considered the problem of sandwich structure construction formed by a core of PVC-foam with close-cell. Over the structure it has been laminated the skin, formed by unsaturated polyester resin (orthophthalic resin) reinforced with glass fiber E-type, with two different presentations, one of them is a mat 300 g/m² and the second is a roving without twist of 300 g/m² parallel, obtained from woven-fabric. Also, it has been elaborated different configurations with both reinforcement above cited. Finally, with the prepared sandwiches it has been realised different essays.

ÁREAS TEMÁTICAS: Aplicaciones prácticas en Ingeniería; Fractura de materiales compuestos

PALABRAS CLAVE: Estructuras sandwich; Composites con núcleo PVC; Propiedades TMD.

1. INTRODUCCIÓN

La aplicación de los materiales compuestos de matriz polimérica en elementos estructurales viene siendo creciente, sobre todo en aplicaciones avanzadas como la aeronáutica o el sector naval y deportivo. Dentro de los materiales compuestos las configuraciones sandwich adquieren gran relevancia por la libertad de diseño que posibilitan, a la vez que añan propiedades de rigidez y ligereza únicas.

El concepto básico de este tipo de estructura es que el revestimiento soporta fundamentalmente las cargas de flexión, mientras que, el núcleo lo hace con las cargas de cortadura.

Para estudiar el efecto de la configuración de la piel del sandwich sobre el comportamiento en flexión, se han elaborado diferentes especímenes con el mismo núcleo (espuma de PVC de celda cerrada) y diferentes refuerzos estructurales y relaciones fibra/matriz. Los sandwich se han preparado utilizando un técnica de infusión modificada con el fin de poder trasladar los resultados a fabricación industrializada. Posteriormente, los sandwich se han sometido a postcurado en estufa (80°C durante más de 24 h).

Sobre los sandwich preparados, se ha procedido a la extracción de probetas normalizadas con las que llevar a cabo la realización de ensayos en flexión (cf. UNE 53022).

Una conclusión interesante es que, cuando el roving se encuentra presente con orientaciones 0°/90° no se delamina fácilmente y no rompe la fibra. El efecto de la resina laminada en la superficie de la piel es similar al del mat-monocapa, dando un material que se comporta muy bien una vez superado el punto de fuerza máxima.

2. EXPERIMENTAL

Para la realización de este trabajo se han preparado estructuras sandwich empleando núcleos de espumas rígidas de PVC sobre las que se han laminado pieles compuestas por resina de poliéster insaturado reforzada con distintas disposiciones de fibra de vidrio.

Se han realizado dos tipos de familias de sandwich en función de las dos espumas utilizadas como núcleo, y, sobre cada una de estas familias se han variado los diferentes refuerzos estructurales y los porcentajes fibra/matriz de las pieles

2.1.- Materiales. Resina

Como matriz polimérica de las pieles del sandwich se ha utilizado, en todos los casos, resina de poliéster insaturado ortoftálica tixotrópica preacelerada (Neste Chemicals G-154-TE) con las características siguientes:

- Viscosidad Brookfield (RVT 2/10 rpm, 23°C) = 1100 mPa.s (ISO 2555)
- Contenido en estireno (cf. DFS 4864) = 42% w
- Densidad (cf ISO 2811) = 1,1 kg/dm³
- Reticulación (Tiempo de gel a 23°C cf Neste D006) = 20 min

Esta resina fue catalizada, en todos los casos, con peróxido de metiletilcetona al 1,2%, cantidad que, en estudios previos, se encontró que es la más adecuada para garantizar la completa reticulación con los tiempo de gel apropiados.

2.2.- Núcleos sintéticos

Como núcleos para las estructuras sandwich se han utilizado dos espumas de PVC.

La primera es una espuma Herex C70,75 (Airex Complex). Es una espuma rígida de celda cerrada, con nula absorción de humedad. De color verde y con las características nominales que se indican a continuación

- Densidad nominal (ISO 845) = 80 kg/m³
- Resistencia en compresión (ISO 844) = 1,3 N/mm².
- Módulo en compresión (DIN 53457) = 83,1 N/mm².
- Resistencia en tracción (DIN 53455) = 1,95 N/mm².
- Módulo en tracción (DIN 53457) = 62,9 n/mm².
- Resistencia en cizalladura (ISO 1922) = 1,2 N/mm².
- Módulo en cizalladura (ASTM C 393) = 30 N/mm².
- Alargamiento a rotura (ISO 1922) = 30%
- Resistencia a impacto (DIN 53453) = 0,9 kJ/m².

Los sandwich fabricados con este núcleo llevarán en su denominación la letra "V".

La segunda espuma utilizada como núcleo, en los sandwich preparados, es una del tipo H80 (Divinycell). Es una espuma de celda abierta, de color marrón y con las características nominales que se expresan seguidamente:

- Densidad nominal (ASTM D1622) = 80 kg/m³.
- Resistencia a compresión (ASTM D1621) = 1,22 MPa.
- Módulo en compresión (ASTM D1621) = 85 MPa.
- Resistencia en tracción (ASTM D1623) = 2,2 MPa.
- Módulo en tracción (ASTM D1623) = 80 MPa.

- Resistencia en cizalladura (ASTM C273) = 1,0 MPa.
- Módulo en cizalladura (ASTM C273) = 30,8 Mpa.

Los sandwich fabricados con este núcleo llevarán en su denominación la letra "M".

2.3. Refuerzos

Como refuerzo se ha utilizado fibra de vidrio E con dos presentaciones distintas.

Por un lado se ha empleado mat M705-300-125 (Owens-Corning de 300 g/m²).

Por otro lado se ha empleado una manta unidireccional de roving (mecha de hilos de fibra de vidrio sin torsión-paralelos- constituido por 60 cabos) obtenida a partir de un tejido equilibrado M4-300 g/m² (Vetrotex Saint Gobain) mediante la eliminación de la trama (o urdimbre) con lo que queda únicamente el roving paralelo equiespaciado.

2.4. Preparación de los sandwich

Los sandwich se han fabricado utilizando la técnica de saco de vacío sobre una lámina de vidrio a la que previamente se le había aplicado desmoldeante. El vacío aplicado en todos los casos ha sido entre 88-85 MPa de presión, mantenido durante un mínimo de 4 h.

Después de curadas, las placas han seguido un tratamiento de postcurado con horno a 80°C durante no menos de 24 h

2.5. Laminado superficial

Como consecuencia de que las estructuras sandwich, fabricadas por la técnica de vacío, mantienen muy uniforme la relación fibra/resina (siendo además ésta muy elevada, en el entorno de 60-70%), para poder realizar el estudio con diferentes relaciones se decidió laminar monolíticamente sobre las caras de los sandwich una cantidad determinada de resina. Así se generan otras tres subfamilias, dentro de cada sandwich con una misma espuma y refuerzo:

1. Sandwich sin resina superficial laminada
2. Sandwich en los que se ha laminado 0,055 g de resina/cm².
3. Sandwich en los que se ha laminado 0,110 g de resina/cm².

El procedimiento consistía básicamente en depositar la cantidad necesaria de resina catalizada y acelerada sobre una cara del sandwich permitiendo que cure la resina para, posteriormente, proceder a repetir el proceso por la otra cara.

2.6. Caracterización y simbología del material

Como se ha descrito anteriormente, con cada espuma se han realizado 5 subfamilias que varían en función del refuerzo de la piel. De este modo se disponen de sandwich que tendrán en su piel:

1. Refuerzo compuesto por un solo mat de fibra de vidrio por cada cara.
2. Refuerzo compuesto por dos mats iguales, uno encima del otro, por cada cara
3. Refuerzo compuesto por un solo mat sobre el que se ha puesto una manta de roving unidireccional (0°) por cada cara.
4. Refuerzo compuesto por un solo mat sobre el que se han puesto dos mantas de roving unidireccionales, de modo perpendicular entre ellas (0°/90°) por cada cara.
5. Exactamente igual a la disposición del punto 4, pero con la orientación del roving ahora a -45°/45°.

Se realizan tres sandwich de cada tipo, a cada uno de los cuales se les aplica el laminado superficial con dos cantidades diferentes de resina, con lo que, en definitiva, se obtienen los sandwich que se simbolizan en las tablas siguientes:

	1.Sin laminado	2. Con 0,055 g/cm ² resina	3. Con 0,110 g/cm ² resina
1.mat en monocapa	V-1.1	V-1.2	V-1.3
2. mat en doble capa	V-2.2	V-2.2	V-2.3
3.mat+roving (0°)	V-3.1	V-3.2	V-3.3
4.mat+roving (0°/90°)	V-4.1	V-4.2	V-4.3
5. mat+roving (-45°/45°)	V-5.1	V-5.2	V-5.3

Tabla 1: Tipos y símbolos de los sandwich preparados con núcleos de Herex C 70.75 (espuma de celda cerrada Airex Complex

	1.Sin laminado	2. Con 0,055 g/cm ² resina	3. Con 0,110 g/cm ² resina
1.mat en monocapa	M-1.1	M-1.2	M-1.3
2. mat en doble capa	M-2.2	M-2.2	M-2.3
3.mat+roving (0°)	M-3.1	M-3.2	M-3.3
4.mat+roving (0°/90°)	M-4.1	M-4.2	M-4.3
5. mat+roving (-45°/45°)	M-5.1	M-5.2	M-5.3

Tabla 2: Tipos y símbolos de los sandwich preparados con núcleos de H-80(espuma de celda cerrada Divinylcell)

2.7.- Ensayos mecánicos

Se han realizado los ensayos en flexión (cf UNE 53022) sobre los sandwich preparados.

La obtención de probetas se realizó siempre se acuerdo con la citada norma, teniendo en cuenta la variación de espesor de los distintos sandwich.

Los ensayos se han realizado sobre una máquina universal de ensayos Ibertest, utilizando una célula de carga 50kN; con registro y tratamiento informático de datos. Los ensayos se llevaron a cabo a temperatura de 23°C a una velocidad de aplicación de la carga de 2mm/min, con precarga inicial 0,07 kN (para sandwich con la espuma C7075) y de 0,01 kN (para los sandwich con espuma H80). En todos los casos se acondicionaron las probetas como indica UNE 53003 en cuanto a las atmósferas normalizadas para acondicionamiento y ensayos.

3.RESULTADOS

3.1.- Comportamiento de los materiales sandwich con núcleo de espuma Herex C 70.75 en función del refuerzo.

a) Con refuerzo en forma de Mat en monocapa

En la tabla 3 se recogen los resultados obtenidos para tree probetas sometidas a ensayo de flexión. Los resultados se refieren a un material sandwich con refuerzo en forma de mat-monocapa cuyo contenido e fibra de vidrio se encuentra entre 62% (capa inferior) y 66% (capa superior) y cuyas dimensionaes y parámetros de ensayo se encuentran en la propia tabla 3:

MATERIAL Probetas	V-1.1		
	1	2	3
Fuerza max. (kN)	0,0977	0,1092	0,1156
Fuerza max. media (kN) dispersión		0,1072 6,9	
Resistencia max. (MPa)	11,64	13,0	13,56
Resistencia max. Media (MPa) dispersión		12,80 6,85	
Módulo en flexión (MPa)	1441,8	1541,5	1703,8
Módulo en flexión medio (MPa) dispersión		1562,3 6,97	
Dimensiones (mm) esp/anch/long /dist-apoyos		8,7-21,8- 174,6 / 130,19	
Densidad (kg/m ³)		215,33	

Tabla 3: Magnitudes dimensionales y propiedades mecánicas en flexión para el sandwich V-1.1

El material sandwich V-1.1 se observa que presenta integridad estructural hasta que sucede la rotura por flexión, lo cual sucede por la cara superior de

apoyo del útil (en compresión). Puede comprobarse también que de las tres probetas ensayadas es la que da valores más elevados de resistencia y la que presenta también menor delaminación, rotura o deterioro de la estructura sandwich.

Cuando se estudian los valores de fuerza máxima en flexión para las tres probetas ensayadas, se observa que la dispersión de valores está dentro de lo previsto por la norma ($\pm 8\%$) resultando un valor medio de 0,1072kN.

La resistencia máxima en flexión para las tres probetas ensayadas, se encuentra también dentro de los valores admitidos por la norma ($\pm 8\%$), resultando un valor medio de 12,73 MPa, lo que corresponde con un valor típico para los sandwich empleados en el sector de la construcción y transporte.

Con referencia al módulo, puede notarse la singular constancia que la línea del módulo presenta para estos materiales sandwich, encontrándose igualmente la dispersión de valores dentro de lo permitido por la norma de ensayo ($\pm 8\%$). El valor medio del módulo ha resultado ser 1562,3 MPa, lo que corresponde a un material rígido, superior a lo exigido a las especificaciones de los sandwich para el sector de construcción interior y transporte, sobre los que presenta la notable ventaja de la disminución del peso. Una densidad 215,33 kg/m³ supone una reducción del peso de una 7 veces respecto a un material preparado por aleación ligera del tipo Al.

b) *Con refuerzo en forma de mat en doble capa (V-2.1)*

Haciendo un estudio similar al efectuado en el anterior apartado 1.a) se observa que cuando se estudian los valores de fuerza máxima en flexión para las tres probetas V-2.1, la dispersión de los valores se encuentra dentro de lo previsto por la norma (siendo en este caso $\pm 3\%$) resultando un valor medio para la fuerza máxima de 0,3187 kN, notablemente elevada, como es fácil deducir.

La resistencia máxima para las tres probetas ensayadas se encuentra dentro de la dispersión de valores permitidos por la norma ($\pm 3,1\%$) y el valor medio para la misma resulta ser 31,60, también notablemente elevado para aplicaciones no estructurales.

Igualmente puede notarse el elevado valor del módulo que resulta ser 2530,8 MPa (con una desviación de valores dentro de lo permitido por la norma, ya que resulta ser ($\pm 2,5\%$)).

c) *Con refuerzo en forma de mat-monocapa+ roving unidireccional (0°) (V-3.1)*

Cuando se estudian los valores de fuerza máxima en flexión para este tipo de sandwich se observa que la dispersión se encuentra dentro de lo previsto por la norma ($\pm 4,9\%$) resultando un valor medio para la fuerza máxima de 0,2372 kN. Puede notarse que un pequeño incremento del porcentaje de fibra de vidrio (2%) en forma de roving unidireccional a 0° sobre un refuerzo de mat en monocapa, hace que la resistencia máxima se multiplique por un factor de 2,21 y, aunque tiene un valor menor que el que se consigue con un mat en doble capa también su densidad es menor.

Con respecto a la resistencia máxima, los valores obtenidos se encuentran dentro de la dispersión permitida por la norma ($\pm 4,9\%$) resultando un valor medio de 27,80 MPa; lo que significa que la incorporación de un roving a 0° tiene por efecto multiplicar por 2,17 esta propiedad (aunque sigue siendo inferior a la obtenida con el material con mat en doble capa).

El módulo en flexión para las probetas ensayadas también se encuentra dentro de la desviación admitida por la norma ($\pm 3,26\%$) resultando un valor medio de 2948,3 MPa, valor que evidencia que la introducción de un roving unidireccional hace aumentar en casi 1,9 veces el módulo en flexión del sandwich con respecto al que presenta un mat monocapa con un porcentaje en fibra casi igual. Los valores de los módulos en flexión son similares a los que se obtienen sobre láminas de resina poliéster pero con considerable ahorro de peso.

d) *Con refuerzo en forma de mat-monocapa + 2 capas de roving superpuestas (0°/90°) (V-4.1)*

En este caso los valores de fuerza máxima obtenidos tienen una dispersión, dentro de la prevista por la norma del $\pm 2,2\%$, y resulta un valor medio de 0,3473kN. Este valor es 3,23 veces mayor que el obtenido para el sandwich con mat-monocapa y presenta solo un incremento del 4% en el porcentaje de fibra de vidrio del refuerzo.

La resistencia máxima para las tres probetas ensayadas se encuentra dentro de la dispersión de valores permitidos por la norma (resultó ser $\pm 2,2\%$) dando un valor medio de 34,45 MPa.

El valor obtenido para el módulo medio ha sido de 3422 MPa, con una desviación de valores que cae dentro del intervalo previsto por la norma ($\pm 3,6\%$).

Se aprecia una mejora notable en las propiedades mecánicas del material con respecto a la configuración del sandwich con refuerzo de mat-monocapa, aunque hay un aumento del 76% en la

densidad, siendo de cualquier forma un material liviano con claras aplicaciones estructurales.

- e) *Con refuerzo en forma de mat-monocapa + 2 capas de roving superpuestas (-45°/45°) (V-5.1)*

Como en los casos anteriores, tanto los valores de la fuerza máxima como la resistencia máxima y el módulo obtenidos para las probetas, objeto de ensayo, presentan una dispersión que se encuentra dentro de lo permitido por las normas respectivas ($\pm 5,6\%$; $\pm 3,7\%$ y $\pm 5,4\%$ respectivamente) siendo el valor medio de la fuerza máxima 0,3006kN; el valor medio de la resistencia máxima 29,807 MPa y el valor medio del módulo en flexión 2799 MPa.

Puede observarse que la orientación de las fibras de roving a $-45^\circ/45^\circ$, hacen variar los resultados respecto a los obtenidos en el punto anterior 1.d), teniendo en cuenta que el porcentaje en fibra y la densidad son casi idénticos.

3.1.- Influencia de la disposición del refuerzo en el laminado

Tomando como referencia el material sandwich que tiene mat-monocapa en las pieles, se observa que al añadir una segunda capa de mat se produce un importante incremento en las propiedades mecánicas, tanto en la fuerza máxima que se multiplica por 2,97, como en la resistencia máxima que lo hace por un factor de 2,46 y en el módulo que pasa a ser 1,62 veces mayor. Hay que dejar constancia también del notable aumento en la densidad.

Cuando sobre un sandwich con mat-monocapa se añade un roving unidireccional (0°) la mejora de las propiedades es también evidente. La fuerza máxima media aumentar en un factor de 2,15 y el módulo medio en flexión se hace 1,88 veces mayor. En este caso, el aumento en la densidad es menor que en un sandwich con mat en doble capa.

Cuando se compara un sandwich con mat-monocapa + roving ($0^\circ/90^\circ$), con respecto a uno formado con mat-monocapa, se obtienen los mejores resultados, dando factores de crecimiento de 3,23 para la fuerza máxima media; de 2,69 en la resistencia máxima media y 2,19 en el módulo medio. Esta disposición conduce al sandwich con mayor densidad ya que presenta un crecimiento e esta propiedad del 76% con respecto al material con una sola capa de mat.

Los sandwich con mat-monocapa pero con la disposición de las dos capas de roving ($-45^\circ/45^\circ$) también mejoran el comportamiento con respecto al sandwich base de referencia, pero no lo hacen en la misma magnitud que para la orientación ($0^\circ/90^\circ$) aunque tengan la misma densidad. Los factores de

mejora son ahora de 2,80 para la fuerza máxima media; 2,32 para la resistencia máxima media y 1,79 para el módulo en flexión, característica que baja notablemente en este material como consecuencia de la orientación.

3.3.- Estudio comparativo del efecto de la resina adicional sobre las pieles

Para evitar alargarse en la discusión, finalizaremos resumiendo el efecto causado por la adición de resina sobre las pieles, sin hacer el estudio individualizado de cada tipo de sandwich.

En todos los materiales sandwich estudiados, con diferentes refuerzos, la resina superficial laminada genera un incremento en los valores de fuerza máxima. Estos incrementos son más acusados en el caso de que el refuerzo sea únicamente mat-monocapa, multiplicándose por 1,57 para el material con $0,055 \text{ g/cm}^2$ de resina superficial (V-1.2) y por 2,6 para el material con $0,110 \text{ g/cm}^2$ de resina superficial (V-1.3) respecto al que no lleva resina superficial. Para los materiales que llevan roving en su refuerzo, el incremento total no es tan grande, variando aproximadamente en factor de 1,4-1,5.

La resistencia máxima se incrementa, como en el caso anterior, de un modo más acusado en el material con mat-monocapa, y en menor grado en el material con roving, aunque en general el incremento no es tan grande como en el caso de la fuerza máxima.

En el caso del módulo a flexión el comportamiento tiene una característica singular y es que, en el caso del sandwich con mat reforzado con roving, permanece constante, es decir, no varía con la resina laminada, independientemente de la orientación del unidireccional. Esto hace pensar que el módulo de estos materiales viene condicionado fundamentalmente por la geometría del sandwich (núcleo-piel) y no es mejorable, como en otros casos, rigidificando la piel (que lleva roving) con resina.

Debe destacarse que la mejora de las propiedades mecánicas se produce de modo más acusado en el caso tercero (es decir cuando lleva mayor cantidad de resina laminada $0,110 \text{ g/cm}^2$) que en el segundo, en el que la mejora es pequeña. Quizá esto puede estar relacionado con una absorción de parte de la resina por el sandwich y no se forma un espesor mínimo crítico de capa, como ocurre en el caso tercero.

AGRADECIMIENTOS: Se agradecen las ayudas económicas a la Universidad del País Vasco UPV-EHU y al Gobierno Vasco para el desarrollo del proyecto

EL MÉTODO DE LOS ELEMENTOS DE CONTORNO AXISIMÉTRICO APLICADO AL ANÁLISIS DE GRIETAS DE INTERFASE EN MATERIALES COMPUESTOS REFORZADOS CON FIBRAS

E. Graciani¹, V. Mantič¹, F. París¹, J. Varna²

¹ Grupo de Elasticidad y Resistencia de Materiales, Escuela Superior de Ingenieros, Universidad de Sevilla, Camino de los Descubrimientos s/n, 41092-Sevilla, España.
E-mail: graciani@esi.us.es, mantic@esi.us.es, paris@esi.us.es
Tfno: 954 48 73 00. Fax: 954 46 16 37

² Division of Polymer Engineering, Luleå University of Technology, SE-97187-Luleå, Sweden.
janis.varna@ltu.se

RESUMEN

En el presente artículo se muestra un análisis de los diferentes estados elásticos que aparecen durante la realización del ensayo de fragmentación de fibra única, empleando el Método de los Elementos de Contorno. El objetivo fundamental del trabajo es el análisis de la aparición y propagación de una grieta de despegue entre la fibra y la matriz, y de su influencia en las tensiones axiales a lo largo de la fibra. Se han empleado dos enfoques diferentes en el análisis: el enfoque de grieta abierta (el cual, aunque no es realista en este caso, ofrece algunos resultados aceptables) y el enfoque de grieta cerrada (considerando o no el efecto de la fricción entre las caras de la grieta). Se analiza, además, la solución asintótica de las tensiones y los desplazamientos en el entorno de dos grietas diferentes: primero, una grieta que parte la fibra y, segundo, una grieta de despegue.

ABSTRACT

An analysis of the micromechanical elastic fields arising in the single fibre fragmentation test, carried out employing the Boundary Element Method, is presented in this paper. The main objective of the work is to study the initiation and growth of a debond crack along the fibre-matrix interface, and its influence on the axial stresses along the fibre. Two different models have been considered: the open crack model (which, although is clearly unrealistic in this particular case, give some acceptable results) and the closed crack model (excluding and including the effect of friction between crack faces). The asymptotic behaviour of stresses and displacements in the vicinity of the crack tips are studied, first, for a crack splitting the fibre and, second, for a debond crack.

ÁREAS TEMÁTICAS PROPUESTAS: Fractura de Materiales Compuestos.

PALABRAS CLAVE: Método de los Elementos de Contorno, Materiales Compuestos, Grietas de Interfase.

1. INTRODUCCIÓN

El ensayo de fragmentación de fibra única [1], es una técnica experimental ampliamente usada en la caracterización de la interfase fibra-matriz en materiales compuestos. Para ello se emplea una probeta con una única fibra rodeada de matriz polimérica sometida a tracción. Como resultado de esta tracción, la fibra se fragmenta sucesivamente y aparecen grietas de despegue que nacen del final de las grietas de la fibra y crecen, de forma estable, a lo largo de la interfase.

Dado que, por un lado, la diferencia entre los coeficientes de expansión térmica entre la fibra y la matriz induce una compresión radial de la fibra durante el enfriamiento desde la temperatura de solidificación hasta la temperatura ambiente, y, por otro, la diferencia entre sus coeficientes de Poisson hace que la compresión radial de la fibra aumente al aplicar la carga, la grieta de despegue se encuentra cerrada en toda su longitud, creciendo, por tanto en modo II puro.

Debido a la gran diferencia entre los tamaños relativos del diámetro de la probeta, el diámetro de la fibra y el tamaño de las grietas de despegue, se ha considerado que el Método de los Elementos de Contorno (MEC) es la herramienta más adecuada para llevar a cabo el análisis numérico del problema.

Dado que existe simetría de revolución respecto al eje de la fibra, el estudio se ha llevado a cabo mediante un algoritmo que implementa el MEC para el problema de contacto elástico con fricción entre sólidos con simetría axial. Con el objeto de poder emplear discretizaciones no conformes en las interfases y zonas de contacto, las ecuaciones de equilibrio y compatibilidad se imponen mediante una formulación débil [2].

Para llevar a cabo el análisis se han tenido en cuenta los dos enfoques más extendidos en el análisis de grietas de interfase [3]: el enfoque de Williams o de grieta abierta [4,5], que supone que las caras de la grieta están libres

de tensiones, y el enfoque de Comninou o de grieta cerrada [6,7], que asume que en el entorno del vértice existe una zona de contacto. Aunque, *a priori*, en el presente caso, dado que la grieta está cerrada en toda su longitud, el enfoque de grieta abierta no es claramente el más adecuado, se han incluido en el presente trabajo alguno de los resultados obtenidos con el mismo con el objeto de comprobar su validez.

2. DESCRIPCIÓN DEL MODELO

Considerando que los fragmentos en que se divide la fibra son suficientemente largos como para que lejos del plano de rotura de la fibra la solución esté regularizada, que en cada fragmento existe simetría de la solución respecto a dicho plano, y que el estado tensional en la probeta tiene simetría axial respecto al eje de la fibra, es posible reducir el análisis numérico del ensayo a la sección radial del tramo de probeta correspondiente a la mitad de un fragmento de la fibra. Con lo cual la geometría y las condiciones de contorno serán las que se muestran en la figura 1.

Para el caso considerado, en que la probeta consiste en una fibra de vidrio de radio $r_f = 5 \mu\text{m}$ rodeada por una matriz cilíndrica de radio $r_m = 55 r_f$, se ha comprobado que para longitudes $L_f \geq 40 r_f$ la solución en el entorno de las fisuras es idéntica en todos los casos, lo cual valida la hipótesis de solución repetitiva en el extremo de todos los fragmentos. El tamaño de la grieta de despegue se ha variado en el rango $0 \leq a/r_f \leq 30$. Las propiedades termoelásticas empleadas para la fibra han sido: $E_f = 70 \text{ GPa}$, $\nu_f = 0.2$ y $\alpha_f = 7 \mu\text{K}^{-1}$; y las de la matriz: $E_m = 3.5 \text{ GPa}$, $\nu_m = 0.3$ y $\alpha_m = 50 \mu\text{K}^{-1}$. La temperatura de solidificación durante el se ha supuesto a 80 K por encima de la temperatura ambiente.

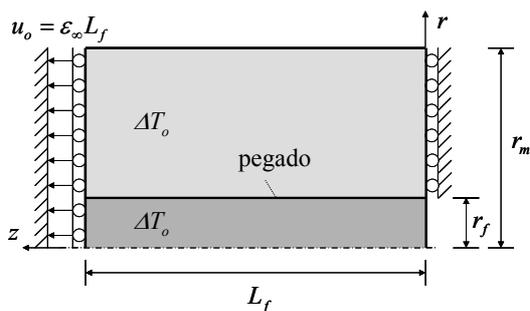


Figura 1. Condiciones de contorno.

Las condiciones de contorno empleadas son las que se esquematizan en la figura 1, es decir, simetría respecto al plano de la rotura de la fibra, alargamiento uniforme del plano medio del fragmento, fibra libre de tensiones en su plano de rotura y contacto entre las caras de la grieta de despegue (salvo en los casos correspondientes al enfoque de Williams en que se ha considerado que están libres de tensiones).

Dado que se pretende calcular la evolución de las tensiones axiales a lo largo del eje de la fibra, se ha em-

pleado en el contorno de la misma una longitud máxima de los elementos igual a $r_f/3 = 1.7 \mu\text{m}$. Dado que en la matriz no es preciso refinar tanto, se han empleado discretizaciones no conformes en la interfase, tal y como se observa en la figura 2, donde se muestra una discretización típica, en la cual, en la zona de interfase no dañada hay 216 elementos del lado de la fibra y 91 del lado de la matriz. El empleo del MEC hace que sea muy sencillo obtener una discretización extremadamente fina en el entorno del vértice de la fisura (siendo la longitud del menor elemento empleado de $10^{-10} \mu\text{m}$).

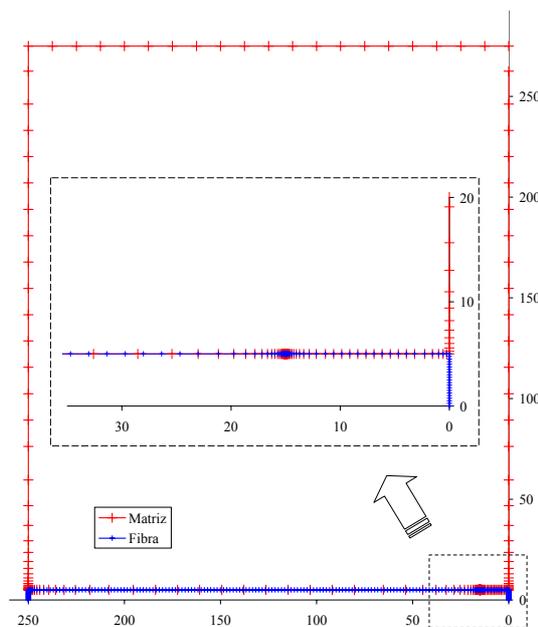


Figura 2. Discretización.

3. FRAGMENTACIÓN DE LA FIBRA

Durante la primera etapa del ensayo de fragmentación, el único efecto que puede observarse es la rotura de la fibra en fragmentos cada vez más pequeños. Esta rotura se produce por los puntos más débiles de la misma y progresa instantáneamente hasta alcanzar la interfase fibra-matriz. De acuerdo a [8], el análisis de la solución asintótica en una esquina multimaterial en deformación plana desarrollado en [9] puede aplicarse en el caso análogo de simetría axial. Con lo cual, se van a usar esos resultados semi-analíticos para comprobar la exactitud de la solución obtenida mediante el MEC en el entorno del vértice de la grieta existente en el plano $z = 0$ del problema de la figura 1 (cuando $a = 0$).

De esta forma, el comportamiento asintótico esperado cuando la distancia al vértice, ρ , disminuye ($\rho \rightarrow 0$), es $u_i = O(\rho^\lambda)$ para los desplazamientos y $\sigma_{ij} = O(\rho^{\lambda-1})$ para las tensiones, siendo $\lambda = 0.1869$.

En la figura 3 se muestran, conjuntamente, los resultados obtenidos con el MEC en el entorno del vértice de la grieta en la fibra para los desplazamientos (relativos al vértice) a lo largo de la cara de la grieta y las compo-

entes singulares del vector tensión en el fondo de grieta y la interfase. Como puede observarse, el comportamiento asintótico cuando $\rho \rightarrow 0$ se ajusta con excelente precisión a una recta en coordenadas log-log. Los resultados mostrados corresponden al caso de $L_f = 100 r_f$ y una deformación aplicada a la probeta de valor $\varepsilon_\infty = 2\%$.

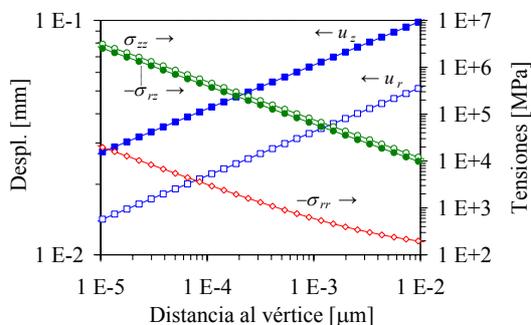


Figura 3. Comportamiento asintótico de la solución en el entorno del vértice de la grieta en la fibra.

En la tabla 1 se recoge el valor de λ obtenido a partir de cada una de las variables mostradas en la figura 3, empleando un ajuste de mínimos cuadrados de los resultados numéricos en el intervalo $10^{-5} \mu\text{m} < \rho < 10^{-4} \mu\text{m}$. Como puede observarse, la precisión obtenida es excelente en todos los casos.

	[9]	u_r	u_z	σ_{rr}	σ_{rz}	σ_{zz}
λ	.1869	.1889	.1868	.1928	.1870	.1869
Err (%)	-	1.07	0.05	3.16	0.05	0.00

Tabla 1. Orden de singularidad de la solución numérica.

4. DESPEGUE ENTRE FIBRA Y MATRIZ

Una vez alcanzado un cierto nivel de carga en la probeta, pueden surgir grietas de despegue que nacen del vértice de las grietas de la fibra y crecen a lo largo de la interfase. A continuación se va a estudiar la solución elástica del ensayo durante el proceso de crecimiento de dichas grietas, despreciando el efecto de la fricción (el cual se incluirá en el apartado siguiente).

El análisis se va a centrar en el estudio de la solución asintótica en el entorno del vértice de la grieta de despegue, en el efecto que tienen dichas grietas sobre la tensión axial en la fibra y, por último, en su propagación.

4.1. Solución asintótica

En la figura 4 se muestra (para el caso particular en que $L_f = 100 r_f$, $a = 5 r_f$ y $\varepsilon_\infty = 2\%$) la solución obtenida para las componentes del vector tensión a lo largo de la interfase, en el entorno del vértice de la grieta, empleando los dos modelos descritos. Como puede observarse, en el modelo de contacto la grieta está cerrada en toda su longitud, siendo singulares la presión de contacto, $\sigma_{rr,C-}$,

y la tensión tangencial, $\sigma_{rz,C+}$, en el fondo de grieta, por contra, la tensión normal, $\sigma_{rr,C+}$, es acotada, tal como predice la teoría [6].

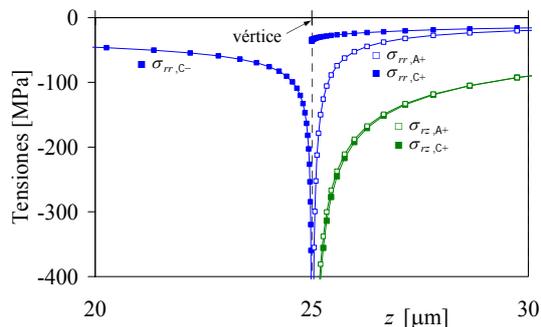


Figura 4. Solución en el entorno del vértice.

Aunque en la figura 4 parece que las diferencias entre el modelo abierto (A) y el modelo de contacto (C) se producen fundamentalmente en las tensiones normales, en la figura 5, puede comprobarse que el carácter asintótico de la solución obtenida en el fondo de grieta es diferente en ambos modelos, presentando las tensiones normales, $\sigma_{rr,A-}$, y tangenciales, $\sigma_{rz,A+}$, del modelo abierto una singularidad oscilante, tal y como predice la teoría [4,5].

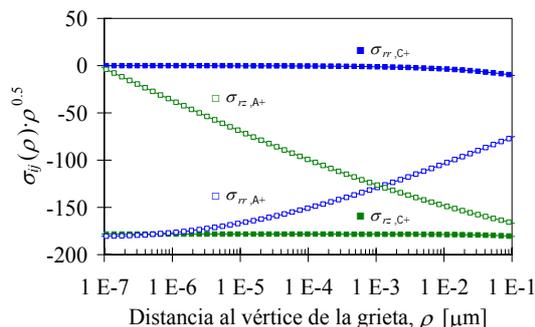


Figura 5. Comportamiento asintótico de la solución en el entorno del vértice de la grieta de despegue.

Puede observarse que las tensiones $\sigma_{rr,A+}$ (del modelo abierto) son de compresión en el entorno del vértice de la grieta, incluso para distancias tan próximas que dejan de tener sentido físico, con lo cual, sea cual sea la escala que se elija, definirán un factor de intensificación de tensiones $K_I < 0$ y, en consecuencia, no se cumplen las condiciones de validez de dicho modelo [5]. Por ello, en lo que sigue, salvo que se indique lo contrario, se mostrarán únicamente resultados del modelo de contacto.

4.2. Tensiones axiales en la fibra

Para ver la influencia de la aparición de las grietas de despegue en la tensión axial en la fibra, se muestran en la figura 6 los resultados obtenidos para σ_{zz} a lo largo del eje de la fibra en una serie de problemas en los cuales $L_f = 100 r_f$, $0 < a < 25 r_f$ y $\varepsilon_\infty = 2\%$.

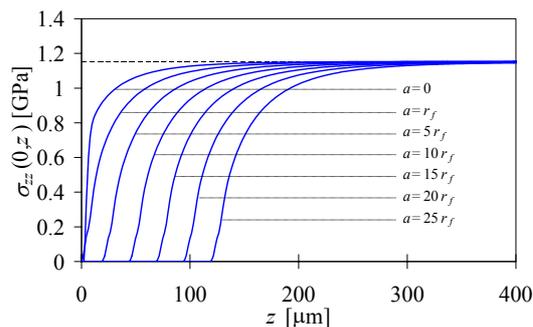


Figura 6. Tensiones axiales en la fibra.

Como puede observarse, cuanto mayor es la longitud de la grieta de despegue, menos eficiente es la transferencia de carga de la matriz a la fibra y, por tanto, mayor es la zona de fibra que se encuentra descargada. En consecuencia, al incrementar la carga aplicada a la probeta, cuanto mayor sea el tamaño de las grietas de despegue, menor será el volumen de fibra sometido a altas tensiones y, por tanto, susceptible a una nueva rotura, con lo cual, a interfaces débiles les corresponderán, una vez terminado el ensayo, longitudes de fragmento mayores que si la interfase es más resistente.

Este efecto se pone de manifiesto en la figura 7, en la que se muestra la cota $z_{95\%}$ a partir de la cual se recupera el 95% de la tensión previa a la rotura de la fibra. Como puede observarse, para tamaños pequeños de la grieta de despegue la cota $z_{95\%}$ aumenta rápidamente, tendiendo para tamaños mayores a una relación $z_{95\%}(a)$ lineal, bastante más suave.

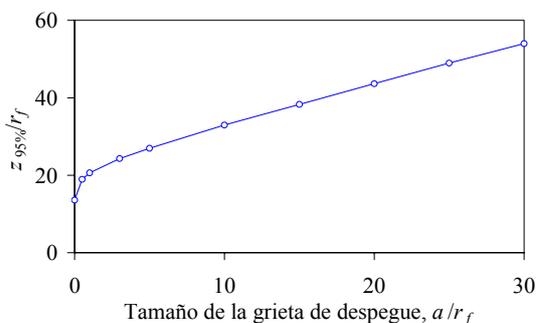


Figura 7. Efecto de la grieta de despegue en el tamaño de la zona de exclusión.

4.2. Propagación de la grieta de despegue

Para estudiar la propagación de la grieta de interfase se ha calculado el índice de liberación de energía, G , empleando una generalización de la técnica del cierre virtual de grieta propuesto por Irwin al caso de grietas de interfase. Para ello se ha efectuado una integración numérica, usando una cuadratura de Gauss-Jacobi con una densidad apropiada y ocho puntos de integración, en un intervalo de tamaño $\Delta a = 10^{-3} \mu\text{m}$ del entorno del vértice de la fisura.

En la figura 8 se muestran los resultados obtenidos con el modelo de contacto, $G_{T,C} = G_{II,C}$, correspondiente a un crecimiento en modo II puro, junto con los obtenidos a partir de la solución del modelo abierto, con el cual se obtienen unos resultados globales, $G_{T,A}$, muy similares a los del modelo de contacto, a pesar de que la división entre modo I, $G_{I,A}$, y modo II, $G_{II,C}$, es en realidad ficticia y dependiente de la longitud de integración Δa .

Los resultados mostrados corresponden al caso particular en que $L_f = 100 r_f$, no obstante, para longitudes de fragmento $L_f \geq 40 r_f$ se obtienen valores de G prácticamente idénticos a los mostrados, lo cual valida la suposición de que no existía interacción entre las grietas de despegue de ambos extremos del fragmento.

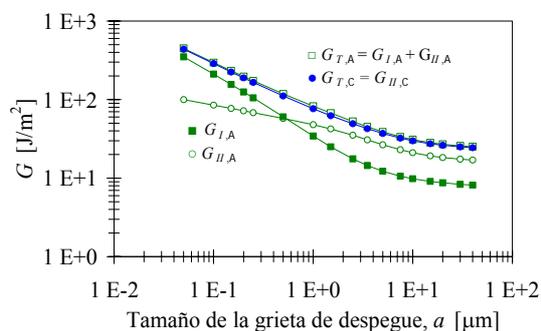


Figura 8. Variación del índice de liberación de energía con el tamaño de la grieta de despegue.

Como puede verse en la figura, G no está acotada cuando $a \rightarrow 0$, lo cual está de acuerdo con el comportamiento asintótico $G = O(\rho^{2.1}) = O(\rho^{-0.626})$ obtenido generalizando el análisis de [10]. Ajustando los resultados numéricos obtenidos con el modelo de contacto para las tres longitudes de grieta más pequeñas se obtiene $G_{T,C} = O(\rho^{-0.609})$ lo cual da una idea de la excelente precisión de los resultados obtenidos.

El hecho de que G no esté acotada cuando $a \rightarrow 0$ implica que la grieta de despegue aparecerá de forma inmediata cuando la grieta de la fibra alcance la interfase. No obstante, dado que, para valores pequeños de a , G decrece rápidamente cuando progresa la fisura, el crecimiento inicial será estable.

Si se emplea el modelo de contacto, con un criterio del tipo $G_{II} = G_C$, para estudiar la propagación de la grieta de despegue se obtienen los resultados mostrados en la figura 9 para dos valores característicos de la tenacidad a fractura de la interfase.

Como puede observarse, la propagación es muy lenta al principio, acelerándose progresivamente hasta llegar a una propagación inestable, que se corresponde con la asíntota horizontal de la curva $G(a)$, cuando $a \rightarrow \infty$, que se observa en la figura 8.

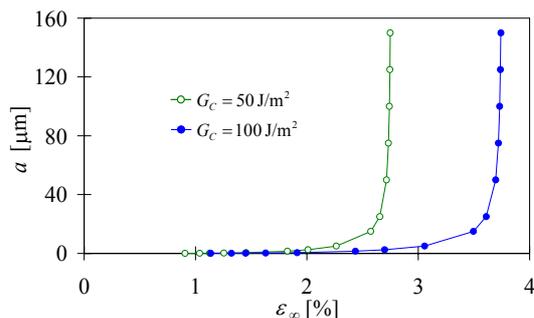


Figura. 9. Propagación de la grieta de interfase.

Ajustando los resultados experimentales de $a(\epsilon_\infty)$ con una curva como la mostrada en la figura 9 permitiría la obtención de valores cuantitativos de la tenacidad a fractura de la interfase. No obstante, para ello, sería preciso incluir el efecto de la fricción en la propagación de la grieta.

5. EFECTO DE LA FRICCIÓN

Para incluir el efecto de la fricción en el análisis es obvio que debe emplearse el modelo de contacto, ya que es imposible incluirlo en el modelo abierto que supone que las caras de la grieta están libres de tensiones.

A continuación se presentan los resultados obtenidos para diferentes valores del coeficiente de fricción, μ , entre las caras de la grieta de despegue. La solución ha sido obtenida con las condiciones de contorno indicadas en la figura 1 y en todos los casos se ha obtenido como resultado que la grieta está cerrada y deslizando en toda su longitud, con lo cual la solución del problema (para un tamaño fijo de la grieta de despegue) es lineal con la deformación aplicada.

5.1. Solución asintótica

Comparando los resultados del modelo de contacto con y sin fricción se obtienen los resultados que se muestran en la figura 10 (para el caso particular de $L_f = 100 r_f$, $a = 5 r_f$, $\epsilon_\infty = 2\%$ y $\mu = 0.5$).

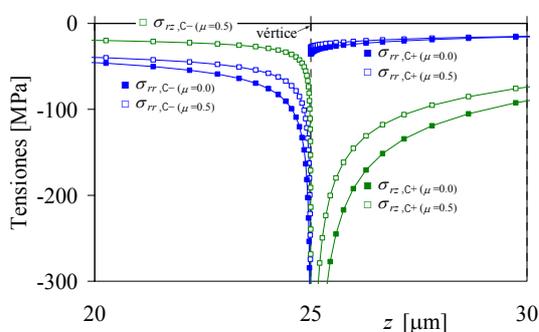


Figura. 10. Solución en el entorno del vértice.

Como puede observarse, debido a la fricción aparece una tensión tangencial singular, $\sigma_{rz,C-} = \mu\sigma_{rr,C-}$, en la zona despegada y, por lo demás, el resto de tensiones en el entorno del vértice disminuyen. Además, el orden de singularidad de la solución se desvía del clásico $\lambda = 0.5$, obteniéndose un valor que depende de μ según la ecuación $\text{tg}(\pi\lambda) = (\mu\beta)^{-1}$, donde β es el segundo parámetro de Dundurs [7].

Como muestra de la precisión con la que los resultados obtenidos cumplen el comportamiento asintótico predicho, en la figura 11 se recogen, junto con la solución analítica, la solución numérica obtenida para el orden de singularidad y el error porcentual cometido su cálculo (efectuado a partir de Δu_z y σ_{rz} de forma análoga a como se explicó en el caso de la grieta en la fibra), en una serie de problemas en que se ha variado el coeficiente de fricción en el intervalo $0 \leq \mu \leq 1$. Se observa que el error cometido es prácticamente nulo en el cálculo de λ a partir de Δu_z y del 1% como máximo en el cálculo a partir de σ_{rz} .

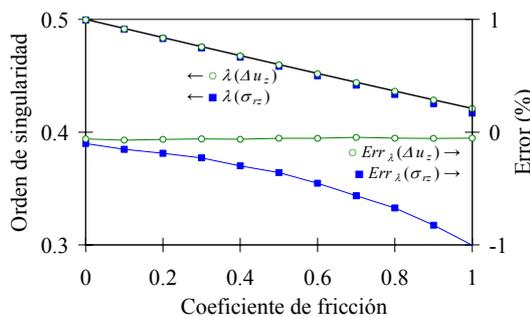


Figura. 11. Influencia de la fricción en el orden de singularidad. Solución numérica, λ , y error cometido, Err_λ .

5.2. Tensiones axiales en la fibra

El efecto que tiene la fricción en las tensiones axiales en la fibra puede observarse en las figuras 12 y 13, donde se muestra la solución obtenida para σ_{zz} en el eje de la fibra en dos series de problemas.

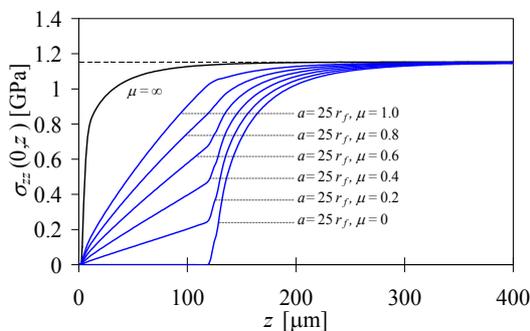


Figura. 12. Efecto de μ en $\sigma_{zz}(0,z)$: $a = 25r_f$, $0 \leq \mu \leq 1$.

En primer lugar, figura 12, se ha empleado un tamaño constante de la grieta, $a = 25r_f$, y se ha variado el coefi-

ciente de fricción, observándose cómo la presencia de la fricción hace que el aumento de la tensión axial de la fibra sea más paulatino, presentando una zona inicial en que las tensiones aumentan linealmente con una pendiente proporcional al coeficiente de fricción.

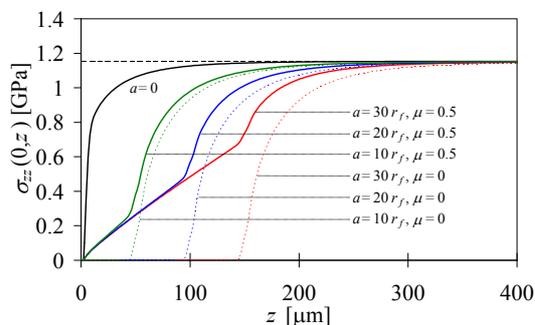


Figura. 13. Efecto de μ en $\sigma_{zz}(0,z)$: $\mu = .5, 0 \leq a \leq 30r_f$.

En el segundo caso, figura 13, se ha mantenido constante el coeficiente de fricción, $\mu = 0.5$, y se ha variado el tamaño de la grieta, observándose, que (una vez superada la zona lineal) la diferencia entre la solución con y sin fricción es pequeña si el tamaño de la grieta de despegue es pequeño y aumenta progresivamente con dicho tamaño.

Aunque a la vista de los resultados anteriores es claro que la fricción eleva el estado tensional de la fibra en la zona de transferencia, no debe tener, sin embargo, una gran influencia en el proceso de fragmentación de la misma, dado que la cota a la cual se recupera un nivel de carga suficiente como para que se pueda volver a producir la rotura de la fibra en el interior del fragmento no depende significativamente del coeficiente de fricción, como se observa en la figura 10, en la que se muestra claramente que la influencia de μ en la cota $z_{95\%}$ a partir de la cual se recupera el 95% de la tensión previa a la rotura de la fibra es pequeña durante la etapa en que comienzan a progresar las grietas de despegue.

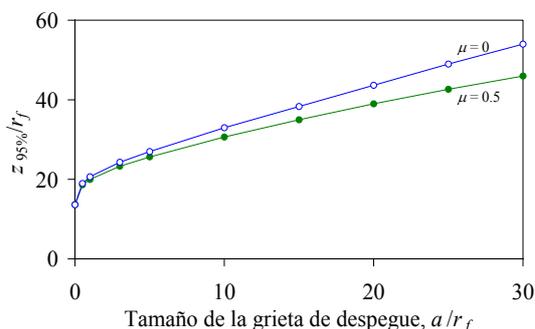


Figura. 10. Efecto de la fricción en el tamaño de la zona de exclusión.

5.3. Propagación

Dado que, debido a la presencia de la fricción, el deslizamiento relativo de las caras de la grieta introduce una

disipación de energía que es imposible de recuperar, si se quiere incluir este efecto, el análisis de la propagación de la fisura debe de hacerse siguiendo paso a paso el crecimiento de la grieta de despegue, lo cual conlleva un complejo proceso de remallado, es por ello que no se ha incluido dicho análisis en el presente estudio.

CONCLUSIONES

Se ha desarrollado una herramienta numérica basada en el MEC para el análisis tensional de problemas con grietas de interfase en materiales compuestos que permite calcular con excelente precisión la solución asintótica en entornos extremadamente próximos al vértice, empleando discretizaciones sencillas y teniendo en cuenta el posible contacto con fricción entre sus caras. Del análisis del ensayo de fragmentación se han obtenido, por un lado, una serie de curvas que permiten relacionar cualitativamente la tenacidad a fractura de la interfase con la longitud media de los fragmentos resultante tras el ensayo y, por otro, una serie de curvas que se espera sirvan para la cuantificación de dicha tenacidad mediante ajuste con los resultados experimentales.

REFERENCIAS

- [1] Kelly, A. y Tyson W.R., "Tensile properties of fiber-reinforced metals: copper/tungsten and copper / molybdenum", *Journal of the Mechanics and Physics of Solids*, 13: 329-350, 1965.
- [2] Graciani, E., Mantič, V., París, F. y Blázquez, A., "Weak formulation of axi-symmetric frictionless contact problems with boundary elements. Application to interface cracks", *Computers & Structures*, 83: 836-855, 2005.
- [3] Mantič, V., Blázquez, A., Correa, E. y París, F., "Analysis of interface cracks with contact in composites by 2D BEM", *Fracture and Damage of Composites*, M. Guagliano y M.H. Aliabadi eds., WIT Press, 189-248, 2006.
- [4] Williams M.L., "The stress around a fault or crack in dissimilar media", *Bulletin of the Seismological Society of America*, 49: 199-204, 1959.
- [5] Rice J.R., "Elastic fracture mechanics concepts for interfacial cracks", *Journal of Applied Mechanics*, 55: 98-103, 1988.
- [6] Comninou M., "The interface crack", *Journal of Applied Mechanics*, 44: 631-636, 1977.
- [7] Comninou M., "Interface crack with friction in the contact zone", *Journal of Applied Mechanics*, 44: 780-781, 1977.
- [8] Zak A.R., "Stresses in the vicinity of boundary discontinuities in bodies of revolution", *Journal of Applied Mechanics*, 31: 150-152, 1964.
- [9] Barroso A., Mantic V. y París F., "Singularity analysis of anisotropic multimaterial corners", *International Journal of Fracture*, 119: 1-23, 2003.
- [10] Leguillon D. y Sánchez-Palencia E., "Fracture in heterogeneous materials - weak and strong singularities", *New Advances in Computational Structural Mechanics*, P. Ladeveze y O.C. Zienkiewicz eds., 423-434, 1992.

Development of Penetration Resistance in the Survival Cell of a Formula 1 Racing Car
G. Savage, I. Bomphray & M. Oxley
BAR Honda Formula 1

Abstract

The success of composite materials in providing stiffness efficiencies and weight reduction in Formula 1 cars is well documented. Much of the sport's improved safety record in recent years derives from the controlled fracture behaviour of composite materials. Research and understanding of the impact and fracture behaviour of these materials has enabled the design of a sophisticated driver protection system into the vehicles' structure at minimum weight penalty. The chassis itself has evolved into a "survival cell" capable of tolerating damage from minor incidents whilst at the same time being able to protect the driver in the event of a major impact. Coupled with this are specialised structural devices designed to absorb vast amounts of energy by controlled fracture and disintegration. A number of safety issues have been raised by injuries caused to pilots by Foreign Object Damage. This has generally involved penetration of the survival cell by broken pieces from their own or other competitors' vehicles. In an attempt to combat this potentially very dangerous occurrence, a "side intrusion" test has been introduced. Each team is required to submit a panel for testing which is representative of the construction of their monocoque. The centre of the panel is loaded by a special device. A minimum load must be reached prior to full penetration, coupled with the absorption of a minimum amount of energy. The pass criteria for the test also stipulate a non-catastrophic failure mode.

The introduction of mandatory safety tests has resulted in chassis design becoming increasingly dominated by strength considerations. The fracture behaviour of the composite materials used strongly influences the ability of the structure to meet the requirements of the regulations. The penetration test tends to be periodically made more stringent (as indeed are the other safety tests) requiring greater loads and energy absorption. The various factors involved in resisting penetration of the survival cell are discussed along with a review of the appropriateness of the test to increased survivability of the driver.

Introduction

During the 1960s the rate of fatal and serious injury within Formula 1 was 1 in every 8 crashes. The FIA took a number of measures to address this problem such that by 1980 the serious accident rate had been reduced by a factor of 5 to 1 in 40 (1). The period 1980-92 saw a further impressive 6-fold decline in fatalities and serious injuries per accident to less than 1 in 250 (2, 3). The greatly improved safety record of Formula 1 in the 1980s and beyond resulted from the co-operation between the FIA, the race organisers and participants in formulating the rules to enhance driver survivability. It was, however, also facilitated by radical change in the materials from which the cars are made. Had it not been for the introduction of composite chassis in 1980 by the McLaren team, many subsequent safety regulations would simply not have been possible.

In common with aircraft, the majority of components of a Formula 1 car are stiffness critical. Carbon fibre reinforced composites exhibit the highest specific stiffness of any widely available engineering material. As a consequence F1 teams strive to use them in more and more applications. The construction

of all of the cars that will make up the 2006 grid will be completely dominated by composite materials, which are used to produce up to 85% of the structure (4).

The survivability of the driver in an accident is achieved by a combination of the crash resistance of the car and its ability to absorb energy. This has been achieved by providing a survival cell (the chassis), which is extremely resistant to damage, around which energy absorbing devices are placed at strategic points on the vehicle. The energy absorbing devices operate to enable maximum deformation up to a specified limit. The devices used are designed to dissipate energy irreversibly during the impact, thereby reducing the force and momentum transferred to the survival cell and hence the driver. They are "one-shot" items, being partially or totally destroyed so as to act as a load limiter. Since the late 1980s the FIA has introduced a series of regulations to ensure that the cars conform to stringent safety requirements and build quality. Each vehicle must satisfy a list of requirements, in the form of officially witnessed tests, before it is allowed to race. There are two groups of tests that must be passed. The first is a series of

static loads applied to the chassis, which guarantees the strength and integrity of the survival cell. The second series defines the position and effectiveness of the energy absorbing structures. Each year the number and severity of the tests increases in line with ongoing research and development into survivability, or in response to track “incidents” (5).

During the 2000 season a number of safety issues were raised by injuries caused to drivers

by Foreign Object Damage. This generally involved penetration of their survival cell by broken pieces of their own or other competitor’s vehicles (Figure 1). In an attempt to combat this potentially very dangerous occurrence, a “side intrusion” test was introduced. Each team is required to submit a panel for testing which is representative of the construction of their monocoque.



Figure 1. Penetration of the survival cell by a broken wishbone, resulting in injury to the driver’s leg.

The side intrusion test

The penetration resistance of the chassis is evaluated by testing flat coupons manufactured to a lay up identical to the survival cell. The operation is carried out in such a way as to simulate the conditions by which it may be loaded during a side impact in service. The coupon measures 550mm x 550mm, incorporating a rigid border of 25mm width. The test piece is fastened onto a rigid frame, with the outer surface uppermost, by means of 28 M8 bolts fastened to a torque of 20Nm. Loading is carried out within an Instron universal test frame of minimum capacity

300kN, by means of a conical “impactor” fixed via a load cell to the machine’s moving crosshead (in the case of an electro-mechanical machine) or actuator if servo-hydraulic equipment is used (Figure 2). The conical device measures a minimum of 200mm in length with a 138 ± 1 mm diameter flat loading face with an edge radius of 10 ± 1 mm. This device is designed to represent the loading conditions of a Formula 1 deformable nose cone during perpendicular impact (known colloquially as “T-boning”).



Figure 2. Intrusion panel test set-up.

The cone is positioned on the centre of the test panel and forced through it at a rate of $2\pm 1\text{mm}\cdot\text{min}^{-1}$, with load/deflection data collected at 10Hz. The test is complete after a displacement of 150mm. The data are presented to include:

1. Chassis reference number
2. Thickness of test sample
3. Graphical representation of load v displacement
4. Graphical representation of energy v displacement

5. Maximum load achieved over the first 100mm of deflection
6. Energy absorbed over the first 100mm of deflection

The pass criteria are the maximum load to exceed 250kN (originally 150kN when the test was first introduced for the 2001 season) and energy absorption greater than 6kJ. A further requirement is that the specimen must fail in a “non-catastrophic” manner, with no influence of the border region on the outcome.

Results and observations

The standard construction used in F1 monocoque design consists of two thin carbon composite skins bonded to aluminium honeycomb core (Figure 3) (6). The stiffness critical nature of the structure dictated the use of primarily high modulus, unidirectional material angled at approximately 45° to the axis of the car in order to react torsion loading from the wheels. Such a lay-up however proved next to useless in the side intrusion test

(Figure 4). The penetrator was able to punch straight through the brittle panel at low load with correspondingly little absorption of energy. The new regulations forced designers to adopt some of the techniques used to resist ballistic penetration (7), employing woven fabrics based upon high strength intermediate modulus fibres (8). Figure 5 shows a load/deflection plot from a panel which has passed the test.



Figure 3. carbon composite/honeycomb chassis construction

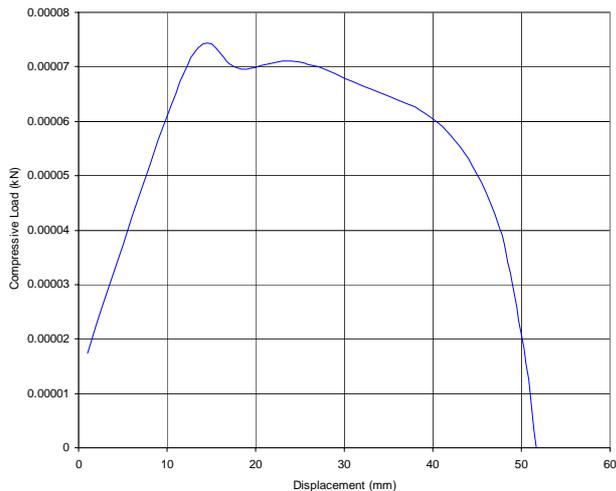


Figure 4 a UD carbon/honeycomb composite panel exhibits very poor performance in the side intrusion test

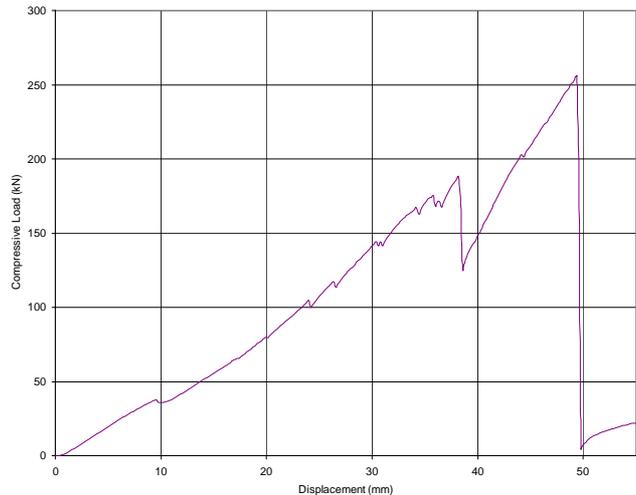


Figure 5 Load deflection response during side intrusion test on a fabric reinforced composite structure (FIA pass).

The two skins fail in a completely linear-elastic mode but the honeycomb structure as a whole exhibits a pseudo-plastic behaviour enabling the absorption of the requisite energy. Clearly the majority of the load is taken by the inner (tensile loaded) skin of the “sandwich”. This has prompted the adoption of an asymmetric lay-up biased such that the inner skin is approximately twice the thickness of the outer. The fine details of the lay ups employed by the various teams are a jealously guarded secret as they seek to gain advantage over one another. Nevertheless a generic laminate based upon T1000 (9) fabric in a high toughness resin system similar to those used in the cars’ energy absorbing structures is generally the preferred option (10). Subtle differences in core density and thickness, fibre architecture and choice of resin system are all employed to improve the efficiency of the penetration resistance per unit mass. As a rule of thumb, the present regulation has resulted in an increase of between 5 and 10kg in chassis weight compared to a pre-2001 season

monocoque depending on how clever a particular design team are.

The requirements with respect to maximum load and energy absorption are a very straight forward output from the Instron test machine. By contrast the failure criterion is far more subjective. In common with “single hit” ballistic systems, the intrusion panel is made more efficient if the damage (and hence load) from the impactor is spread over the whole of its surface rather than being confined to the area in direct contact. Adopting such an approach runs the risk of falling foul of cracks extending into the border region. This could result in failure of the test. To illustrate this point consider Figure 6 which shows a panel which has passed the load and energy criteria, but deemed to have failed on fracture mode. The panel in Figure 7 on the other hand was judged to have passed. The difference between pass and fail can be somewhat arbitrary and often the subject of a one-sided “debate” between the team and the Technical Representative of the governing body!



Figure 6 FIA failure

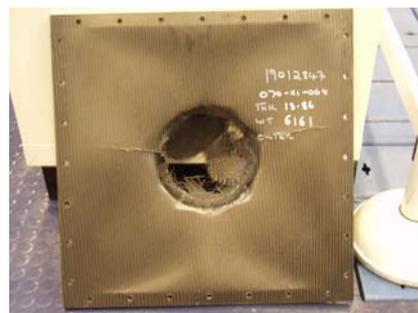


Figure 7 FIA pass!

Discussion – the effectiveness of the test and its limitations

The side intrusion test has certainly made the survival cell of a Formula 1 car safer. There has been a distinct shift in the monocoques' design from being stiffness critical towards a strength critical structure. Since the introduction of the test in 2001 and its subsequent upgrade two years later, there have been no major injuries resulting from foreign object penetration. There are however a number of considerations which limit the effectiveness and development of the level of protection afforded. The strength of the panel is significantly higher than the peak load achieved in the FIA front impact test. As a consequence BAR Honda were able to carry out a test in which the team's homologated side intrusion panel was used as the target in a practice FIA nose crash test (4). Not only was the panel able to defeat the impact, its presence had no significant effect upon the efficiency or mechanism of the energy absorbing structure (Figure 8). When another team tried this same test into an actual chassis however, the result was a catastrophic failure. Although the intrusion panel is a representative model of the chassis' construction, it is artificially restrained. The rigidly mounted panel exhibits

a uniform compliance upon impact and can thus defeat the incoming threat in exactly the same way as in the test frame. The side of the chassis is far more compliant being far less restrained particularly in the area of the cockpit opening and resulted in the structure deflecting and disintegrating under the load generated by the impact. There is a limit therefore to the load bearing capability of the panel under real life conditions.

It was postulated that the safety of the chassis could be further enhanced by increasing the failure load to 400kN, with a corresponding increase in energy absorbed. This proved to be unrealistic because of the non-linear relationship between panel weight and failure load. Indeed, the 60% increase in load could only be achieved at a 300% weight penalty. The introduction of such a regulation would leave the cars resembling a main battle tank with a huge increase in cost as carbon composites are not the cheapest of materials! Furthermore, there is no guarantee that the cars would perform any better under impact conditions as the compliance of the overall structure would not be greatly enhanced.

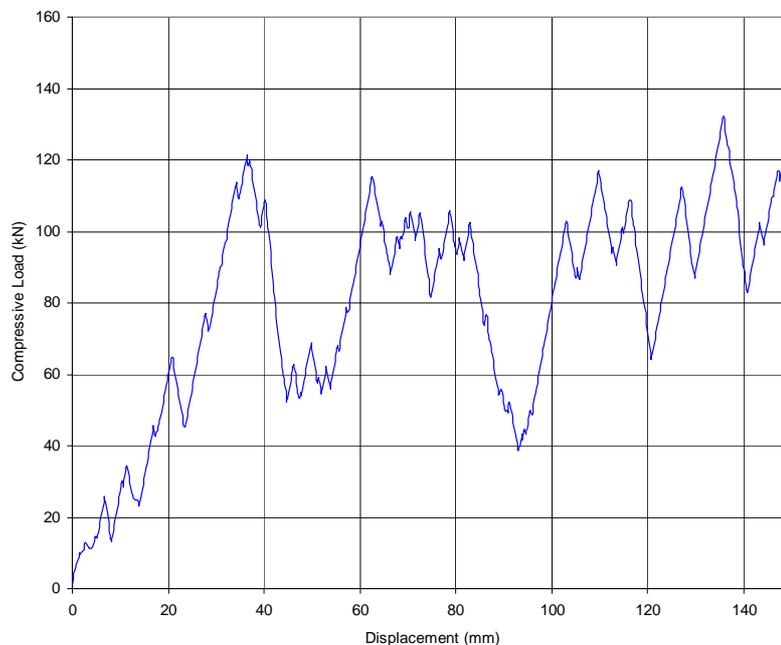


Figure 8. Load/deflection data from FIA nose impact into side intrusion panel

A further test was carried out in which a rear impact structure (10) was used to load the panel. This structure is designed to defeat approximately the same impact energy as the nose, but is far more slender. It was able to cut through the panel at a much lower load than the standard impactor (Figure 9). This occurs because the force is concentrated over a much smaller area, greatly increasing the stress, and the impactor is more rigid with much reduced

(negligible) deformation during the event. This is the same phenomena which resulted in the obsolescence of chain mail and its replacement with plate armour during the middle ages (11). As metallurgy improved, swords changed from being slashing to stabbing weapons and were able to open up the mail during an attack. Indeed it is this same principle that resulted in the UD composites being useless in the side intrusion test!

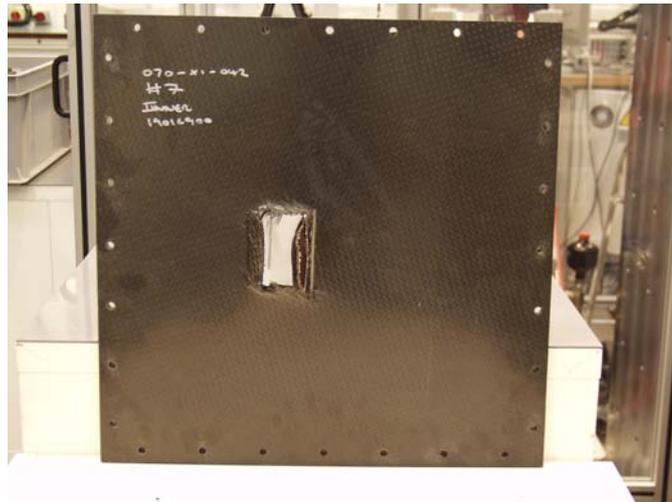
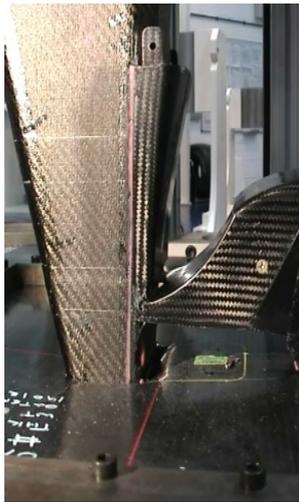


Figure 9. an impactor with a more slender aspect ratio is easily able to defeat the side penetration panel.

Although penetration protection has clearly improved driver survivability, a further concern arises from the tendency of the authority to periodically increase the performance of the impact absorbing structures on the car. The packaging of devices such as the nose box and rear impact structure is such that their size and geometry are somewhat limited. Their ability to absorb energy can only be realistically increased by making them

stronger. A stronger nose box, for example, could be considered to afford better protection to the driver of the crashing vehicle. (This is not entirely true as the resultant acceleration passed on to the occupant could be considerably higher and therefore more detrimental to health for the same impact energy). By the same token however that same nose box could become an armour piercing projectile to any other car it might happen to hit.

Conclusion

Advances in technology and stringent safety rules have combined to significantly reduce the risk of death and injury resulting from crashes in Formula 1 races and tests. The governing body and the various participants are working to progressively improve driver survivability. Whilst this is an admirable course of action, it must be with a degree of realism. The nature of motor racing is such that there will always be a finite probability of injury to the driver. We may take steps to minimise this probability but it cannot be eliminated, there will always be a degree of risk. Simply making the cars stronger and stronger does not necessarily

make them safer. There comes a point beyond which things cannot be improved because some other mechanism dominates survivability. Indeed badly thought out and executed technology and regulations can have a detrimental affect upon safety. It is all too easy, as in many aspects of transport, to approach race car safety with a blinkered, almost evangelical, zeal. Regulations which influence safety and survivability should only be introduced following thorough research and development, when they have been proven to meet the primary aim of protecting the driver.

References

- (1) Rendall, I. "The power and the glory (a century of motor racing)" BBC Books, (1991)
- (2) Wright, P., RaceCar Engineering, 9, 9, 13 (1999).
- (3) Savage, GM., Met. Mater. 7, 10, 617 (1991).
- (4) Savage, GM, Proc. Anales De Mecanica de la Fractura, 18, 274, Baiona (Vigo), Spain, (Mar. 2001).
- (5) Savage, GM. Proc. "Materials Science, Its Nucleation and Growth", Imperial College London (2001).
- (6) Savage, GM. J. STA, 140, 18 (2000).
- (7) Savage, GM., Met. Mater. 5, 5, 285 (1989)
- (8) Savage, GM., "Carbon-carbon composites", Chapman and Hall (1992).
- (9) Savage, GM. Proc. Anales De Mecanica de la Fractura, 18, 274 Baiona (Vigo), Spain (Mar 2001).
- (10) Savage, GM., Bomphray, I and Oxley, M. Proc. Anales De Mecanica de la Fractura, 20, 512 Benecasim (Valencia), Spain (Apr. 2003).
- (11) Burgess, M. Antiquaries Journal, 33, 48 (1953)

BIOMATERIALES Y BIOMECÁNICA

COMPORTAMIENTO TERMOMECAÁNICO DE LOS VASOS SANGUÍNEOS HUMANOS

J.M. Atienza¹, G.V. Guinea¹, F.J. Rojo¹, P. Aragoncillo², R. Burgos³, M. Elices¹

¹ Departamento de Ciencia de Materiales, E.T.S. de Ingenieros de Caminos, Canales y Puertos, Universidad Politécnica de Madrid, C/ Profesor Aranguren s/n, 28040 Madrid, España.
jmatienza@mater.upm.es

² Departamento de Patología Cardíaca. Hospital Clínico Universitario San Carlos 28040, Madrid, España.

³ Departamento de Cirugía Cardíaca. Hospital Universitario Puerta de Hierro C/ San Martín de Porres nº 4, Madrid, España.

RESUMEN

En este artículo se resumen los principales resultados obtenidos por los autores en una colaboración reciente con los hospitales Clínico y Puerta de Hierro de Madrid sobre el comportamiento termomecánico de dos clases de arterias humanas: carótida y aorta. Se han realizado ensayos de presurización interior a diferentes temperaturas, lo cual ha permitido obtener información sobre el coeficiente de dilatación y la influencia de la temperatura en la rigidez de las arterias. Estos materiales tienen un comportamiento peculiar con la temperatura, pudiendo presentar coeficientes de dilatación negativos. Además, el efecto combinado de la presión interior y la elongación axial a la que está sometida la arteria puede cambiar de forma muy importante su coeficiente de dilatación. Parece claro que la temperatura tiene una influencia significativa en el comportamiento mecánico de las arterias, que debe tenerse en cuenta a la hora de desarrollar los diferentes tratamientos.

ABSTRACT

This paper summarizes the results from a recent work by the authors, in collaboration with the *Clínico San Carlos* and *Puerta de Hierro* hospitals in Madrid, on the thermomechanical behaviour of two types of human arteries: carotid and aorta. We have tested them applying internal pressure at different temperatures, obtaining information about the coefficient of thermal expansion and the effect of temperature on their stiffness. These materials present a peculiar response with temperature, such as having negative thermal expansion coefficients, which values may be strongly affected by the combined effect of the internal pressure and the longitudinal stretching that arteries support. Therefore, it seems clear that temperature has an important role in the mechanical response of arteries that should be taken into account when different treatments are applied.

ÁREAS TEMÁTICAS PROPUESTAS: Biomateriales y Biomecánica.

PALABRAS CLAVE: Arterias, Temperatura, Propiedades Mecánicas.

1. INTRODUCCIÓN

El conocimiento del comportamiento mecánico de las arterias resulta fundamental para entender la fisiología de nuestro sistema sanguíneo, así como para el desarrollo de los tratamientos y técnicas para enfrentarse a los distintos problemas cardiovasculares. Muchos de estos tratamientos (angioplastias, stents, bypass,...) tienen unas indudables implicaciones mecánicas, derivadas del hecho de que las arterias son, en el fondo, conductos sometidos a presión interior [1].

Los modelos numéricos están demostrando ser una herramienta muy útil en medicina cardiovascular para la predicción del comportamiento de los tejidos y los problemas derivados, así como para el desarrollo y optimización de los tratamientos. No obstante, para obtener resultados fiables estos modelos necesitan incorporar ecuaciones constitutivas que representen de

forma adecuada el comportamiento termomecánico de la pared arterial [2-4]. Para la obtención de estas ecuaciones es indispensable contar con una extensa base de datos experimentales. Sin embargo, hasta ahora, estos datos son muy escasos. En concreto, la influencia de la temperatura en el comportamiento de la pared arterial casi no ha recibido atención, aunque sea un aspecto que cobra cada vez mayor importancia en la medicina cardiovascular, ya que muchas cirugías cardíacas se están efectuando a temperaturas diferentes de la fisiológica (37°C). Por ejemplo, cirugías de arterias coronarias se realizan en condiciones de hipotermia (26-31 °C) [5] y hay operaciones de angioplastia que utilizan temperaturas bastante por encima de las fisiológicas (condiciones de hipertermia) [6-8].

El primer estudio sobre el efecto de la temperatura en los vasos sanguíneos humanos se llevó a cabo por Roy en 1880 [9]. Mostró que las paredes arteriales tenían un

comportamiento peculiar, comparable con el de los elastómeros, ya que se encogían al calentarse y se expandían al enfriarse. Roy realizó ensayos sobre arterias humanas, de vaca y de oveja en el intervalo de 16-54 °C.

Más tarde, Lawton [10] obtuvo resultados parecidos en aortas de perro, señalando que la elasticidad de la pared arterial era fundamentalmente de origen entrópico. No obstante, otros estudios no presentan conclusiones tan claras: Dobrin y Canfield [11] no encontraron una influencia significativa de la temperatura en las arterias de perro, Kang et al [7] tampoco en las arterias de oveja y Herrera et al [12] obtuvieron resultados contradictorios sobre el coeficiente de dilatación en arterias de rata y cerdo.

Los datos que aparecen en la literatura parecen indicar que la temperatura puede tener un efecto significativo en el comportamiento de las arterias, aunque los detalles concretos siguen siendo controvertidos. En opinión de los autores esto es debido, en primer lugar, a la escasez de datos experimentales, en especial sobre arterias humanas, y, en segundo lugar, a los efectos cruzados producidos por la acción combinada de la temperatura, las tensiones y el estado de activación de las arterias.

En este artículo se resumen los principales resultados de los trabajos recientes desarrollados por el Departamento de Ciencia de Materiales en colaboración con los hospitales Puerta de Hierro [13] y Clínico de Madrid [14], para mejorar el conocimiento sobre el comportamiento termomecánico de las arterias humanas.

2. MATERIAL ESTUDIADO

2.1. Arterias estudiadas: Aorta y carótida.

El estudio del comportamiento termomecánico se ha realizado sobre 2 tipos de arterias humanas: carótida y aorta. La aorta es la arteria de mayor diámetro del cuerpo humano, sale del corazón y es la encargada de poner en marcha la circulación sanguínea. Las arterias carótidas salen de la aorta y suben por el cuello hasta la base del cráneo.

2.2. Protocolos de obtención

Las carótidas estudiadas se han obtenido de personas fallecidas por causas no directamente relacionadas con aterosclerosis (Hospital Clínico). Se trataba por tanto de arterias sanas, aunque en su mayoría de pacientes de elevada edad. Las aortas se han obtenido de donantes de corazón (Hospital Puerta de Hierro). Se trata de arterias sanas pero con una media de edad inferior a las carótidas. Tanto unas como otras se obtuvieron con los pertinentes permisos clínicos.

Se extrajeron vasos completos de la mayor longitud posible para poder realizar ensayos presión-diámetro. Además, antes de proceder a su extracción, se midió la

longitud de las arterias in vivo, ya que las arterias en el cuerpo suelen estar estiradas y es importante reproducir in vitro estas condiciones. En la Tabla 1 se recogen los principales datos del material utilizado.

Arteria	Aorta	Carótida
Número Pacientes	4	8
Números Ensayos	4	11
Edad Media (desv)	49 (10)	81 (7)

Tabla 1. Información sobre los donantes.

3. ANÁLISIS HISTOLÓGICO

Se ha realizado un análisis histológico de las arterias ensayadas con el objetivo de determinar su composición y estructura. La pared arterial tiene como constituyentes básicos las fibras musculares, el colágeno y la elastina (fibras elásticas), estructurados en tres capas con funciones diferentes: íntima, media y adventicia. La capa media es la responsable principal del comportamiento mecánico de las arterias.

Se ha estudiado la distribución de fibras elásticas y musculares para los dos tipos de arterias estudiadas: carótida y aorta. Para ello, una parte de cada arteria extraída fue fijada en formol tamponado y posteriormente fue teñida con hematoxilina-eosina, añadiendo orceína para la tinción de las fibras. De esta forma se puso de manifiesto la presencia de fibras elásticas en las paredes arteriales, permitiendo conocer su proporción frente a las fibras musculares.

Se denomina arteria elástica a la que tiene una componente de fibras elásticas muy grande, estando estas además entremezcladas con las fibras musculares. Normalmente, son arterias elásticas las que se encuentran cerca del corazón. Tanto la aorta como la carótida se pueden considerar elásticas. Las diferencias entre estos dos vasos hay que buscarlas en las dimensiones de uno y otro. La capa media es más grande en la aorta (1.50 mm en la aorta, 0.25 mm en la carótida) y la proporción de fibras elásticas/musculares también es más grande en esta arteria. En definitiva, la aorta es la más elástica de todas las arterias.

4. ENSAYOS MECÁNICOS

4.1. Dispositivo de ensayo

Las propiedades mecánicas se midieron realizando ensayos de presurización, obteniendo las curvas *presión-diámetro exterior* para diferentes temperaturas. Este tipo de ensayo es el único que reproduce in vitro el estado de tensiones que tiene la arteria in vivo. Para ello se utilizó el dispositivo experimental descrito en la Figura 1, que consta de los siguientes sistemas [15]:

a) Cámara de ensayo y sistema de control de temperatura.

Las arterias se ensayan sumergidas en suero fisiológico (PBS), cuya temperatura se mantiene estable $\pm 1^\circ\text{C}$ haciéndolo circular a través de un baño termostático. El ensayo se realiza en el interior de una célula de PMMA transparente que permite la visualización del vaso y la medida del diámetro exterior por métodos ópticos.

b) Sistema de carga.

- Alargamiento axial: Todo el dispositivo está montado en vertical sobre una máquina electromecánica Instron 4411, con la que se alarga la arteria hasta la longitud requerida (longitud in vivo).

- Generación de presión: Unos reguladores de precisión controlan y estabilizan la presión de aire con la que se impulsa el suero a la temperatura de ensayo. De esta forma el suero se introduce en el interior de la arteria a la presión deseada.

c) Medidas mecánicas.

- La deformación y la fuerza axial son medidas directamente por la máquina y enviadas a un ordenador mediante un sistema de control y adquisición de datos.

- La presión interior es medida a la entrada del fluido en la arteria mediante un transductor de presión, cuya señal se lleva directamente a un ordenador.

- El diámetro exterior de la arteria se mide en su zona central (no afectada por las mordazas) mediante un extensómetro óptico Keyence LS-7500.

de presurización a distintas temperaturas (17, 27, 37 y 42°C) para conocer la relación presión interior-diámetro exterior.

El procedimiento seguido ha sido el siguiente:

- La probeta se fija a las mordazas mediante pegamento y/o mecánicamente. Se coloca en la máquina de ensayos. Se sumerge en PBS a 17°C y se acondiciona durante 10 minutos.
- La arteria se estira en dirección axial hasta llevar las marcas de referencia a su distancia in vivo.
- La arteria se pre-acondiciona mediante 10 ciclos de presión 0-200 mmHg.
- Se aplica presión interior a 2 mmHg/seg introduciendo PBS en el interior del vaso a la temperatura de ensayo. La curva presión-diámetro se registra de forma continua en el intervalo 0-200 mmHg.
- La temperatura se cambia secuencialmente a 27, 37 y 42°C , realizándose los mismos pasos descritos anteriormente para cada temperatura.
- Tras el ensayo, un trozo de la muestra debidamente orientado se fija en formol y se envía para análisis histológico.

Las variables medidas durante el ensayo son:

- Presión interior (precisión 0.2 mbar= 0.15 mmHg)
- Diámetro exterior (precisión 0.001 mm)
- Alargamiento axial (precisión 0.001mm)
- Fuerza axial (precisión 0.01N)
- Temperatura (precisión 0.5°)

5. RESULTADOS Y DISCUSIÓN

5.1. Curvas presión-diámetro

La variación de los diámetros exteriores en función de la presión interior para las distintas temperaturas se puede apreciar en las figuras 2 y 3 para los dos tipos de arterias. En ellas se presentan los valores medios para cada arteria. Además los resultados se han homogeneizado dividiendo el diámetro por el valor de referencia (diámetro a 37°C y 0 mmHg) de cada arteria.

Los resultados muestran la misma tendencia para las dos arterias. En ambos casos, a bajas presiones los diámetros más grandes corresponden a las temperaturas más pequeñas, lo que confirma la existencia de un coeficiente de dilatación negativo cuando las arterias están descargadas. Sin embargo, esta tendencia decrece al aumentar la presión, llegando a invertirse para altas presiones, en las que el diámetro aumenta al aumentar la temperatura. En el caso de la carótida esta inversión sucede a presiones menores que en la aorta.

En valores absolutos el diámetro de la aorta crece más que el de la carótida (obsérvese la diferente escala en abscisas en las figuras 2 y 3), presentando una zona de rigidez pequeña en un mayor rango de presiones. Esta primera parte de la curva es debida principalmente a las fibras elásticas, que como se dijo anteriormente, están presentes en mayor proporción en la arteria aorta.

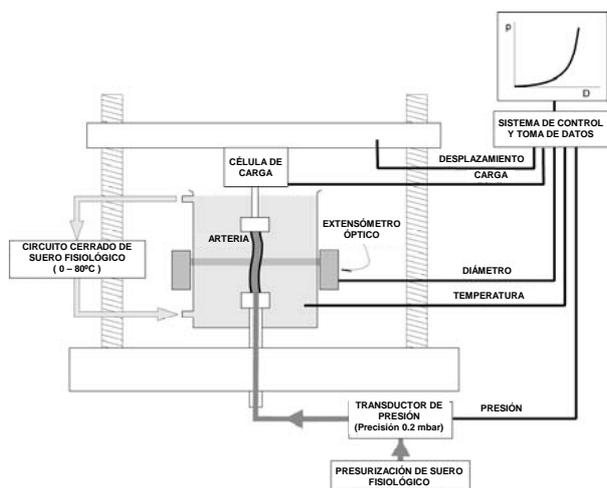


Fig. 1. Esquema del dispositivo experimental

4.2. Protocolo de ensayo

En este trabajo se ha estudiado el comportamiento pasivo de arterias humanas, en el que no existe contribución activa de las células musculares lisas presentes en la pared vascular. Se han realizado ensayos

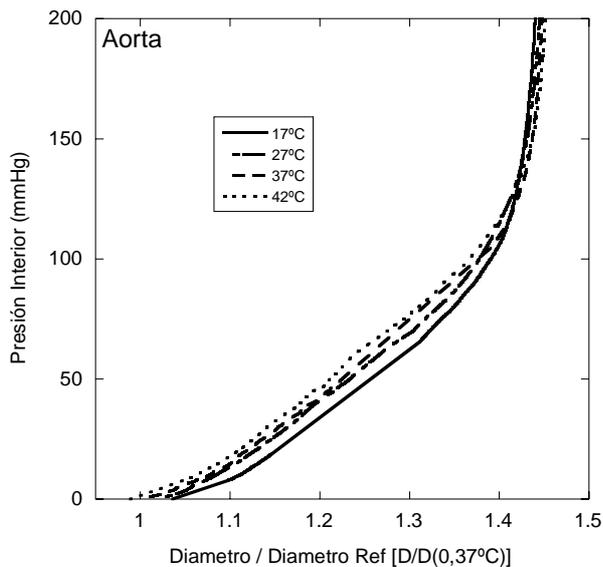


Fig. 2. Curvas medias presión-diámetro de la arteria aorta para distintas temperaturas. Diámetro de referencia= diámetro a 0mmHg y 37°C para cada arteria

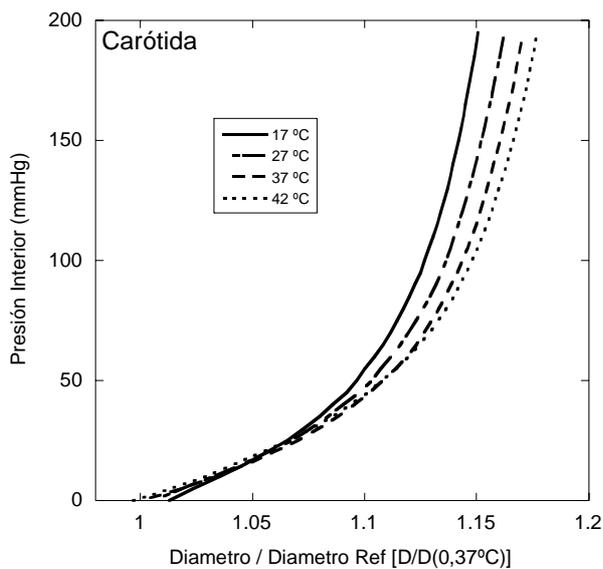


Fig. 3. Curvas medias presión-diámetro de la arteria carótida para distintas temperaturas. Diámetro de referencia= diámetro a 0mmHg y 37°C para cada arteria

El efecto de la temperatura en la flexibilidad de la arteria se aprecia mejor si las curvas se refieren al diámetro inicial (a 0 mmHg) de cada temperatura. De esta forma obtenemos la relación *presión-diámetro relativo* para cada temperatura. En las figuras 4 y 5, que recogen dichos resultados, se puede observar que la temperatura tiene un efecto de suavizamiento de las curvas presión-diámetro. Se observa que al aumentar la temperatura la arteria se hace más deformable. La tendencia vuelve a ser la misma en las dos arterias, si bien se aprecian diferencias importantes en su

comportamiento mecánico. Estas diferencias, como se ha comentado anteriormente, consisten principalmente en la mayor flexibilidad de la aorta, debido a su mayor proporción de fibras elásticas. Otra de las razones que pueden hacer que las carótidas ensayadas hayan resultado más rígidas que las aortas, es la elevada edad media de los donantes de las primeras, ya que las arterias tienden a rigidizarse con el paso de los años.

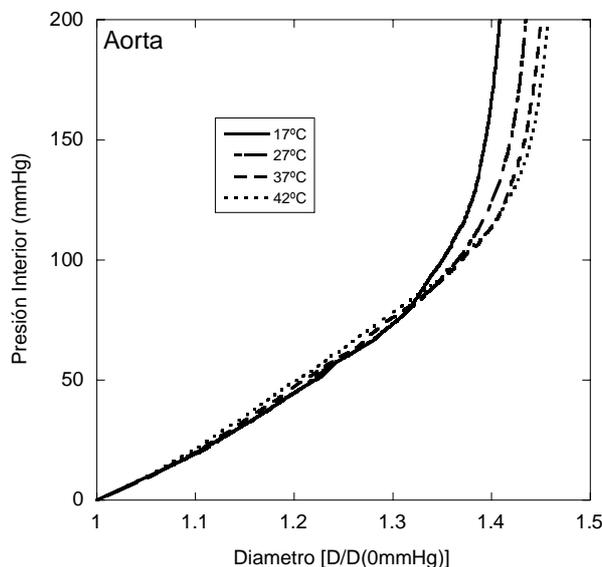


Fig. 4. Curvas medias presión-diámetro relativo de la arteria aorta para distintas temperaturas. Diámetro de referencia= diámetro a 0mmHg para cada temperatura.

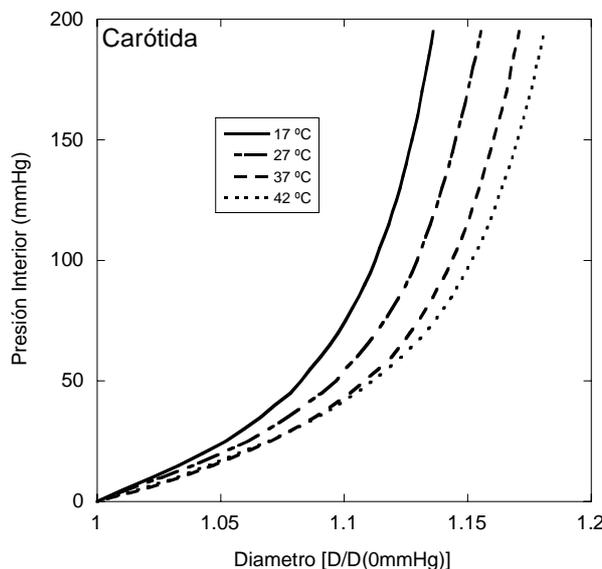


Fig. 5. Curvas medias presión-diámetro relativo de la arteria carótida para distintas temperaturas. Diámetro de referencia= diámetro a 0mmHg para cada temperatura.

5.2. Coeficiente de dilatación

Las curvas obtenidas parecen señalar que el comportamiento termomecánico de la arteria es complejo. Para tratar de entender mejor la influencia de las distintas variables, se ha obtenido el coeficiente de dilatación de la pared arterial en función de la presión interior que está soportando. El coeficiente de dilatación mide el cambio de dimensiones que experimenta la arteria al cambiar la temperatura. Valores positivos del coeficiente indican una expansión al aumentar la temperatura.

El coeficiente de dilatación lineal, α , se define como la variación relativa de diámetro, dividida por el incremento de temperatura

$$dD/D = \alpha dT \tag{1}$$

Integrando esta ecuación obtenemos:

$$D = D_{Ref} e^{\alpha(T - T_{Ref})} \tag{2}$$

donde D_{Ref} es el diámetro a la temperatura T_{Ref} . La ecuación (2) se puede transformar en:

$$D = D^* e^{\alpha T} \tag{3}$$

siendo $D^* = D_{Ref} e^{-\alpha T_{Ref}}$, y el coeficiente de dilatación lineal se puede obtener de forma sencilla ajustando los datos experimentales a la ecuación (3).

En la figura 6 se recogen los valores medios del coeficiente de dilatación para cada arteria en función de la presión interior. En ambos casos, el coeficiente de dilatación empieza siendo negativo a bajas presiones y se convierte en positivo por encima de cierta presión umbral. El valor de α aumenta monótonamente con la presión aplicada, aunque el decrecimiento progresivo de la pendiente parece indicar la existencia de un valor de saturación. Hayashi encontró un comportamiento similar, con un cambio en el signo del coeficiente de dilatación, de negativo a positivo al aumentar la presión, en unos ensayos no publicados sobre arterias de rata (comunicación personal a los autores).

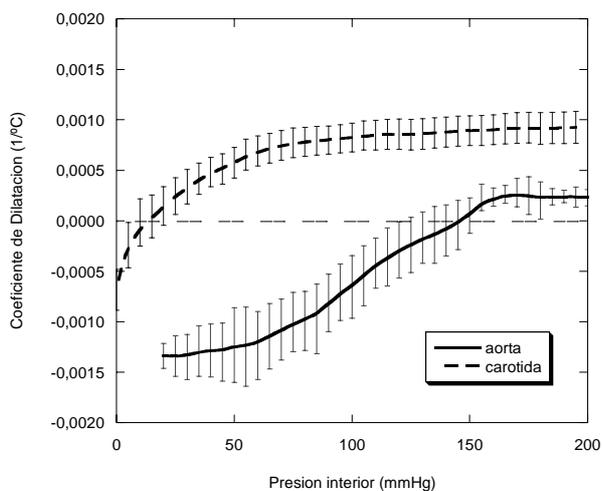


Fig. 6. Coeficiente de dilatación en función de la presión interior para los dos tipos arterias estudiadas. Las barras representan el error cuadrático (σ) de cada medida.

Aunque la tendencia es similar, nuevamente se observan diferencias significativas entre los dos tipos de arterias. Como se comentó anteriormente, la explicación puede tener un doble origen: por un lado, la diferente estructura, ya que la aorta tiene una mayor proporción de elastina y por lo tanto es más elástica, y por otro lado, la diferencia de edad de los pacientes (mucho mayores en el caso de las carótidas).

5.3. Rigidez

La rigidez estructural de la pared arterial se ha caracterizado mediante el parámetro β , introducido por Hayashi et al [16]. Hayashi propuso una ecuación exponencial para describir la relación presión-diámetro en las arterias:

$$\ln(p/p_s) = \beta (D/D_s - 1) \tag{4}$$

donde p_s es una presión de referencia, que normalmente se hace coincidir con 100mmHg [4], y D_s es el diámetro exterior de la arteria a esa presión p_s .

Se han obtenido los valores del parámetro estructural ajustando las curvas experimentales a la expresión propuesta por Hayashi. En la figura 7 aparecen los valores medios de β con su error para ambos tipos de arterias. En ambos casos los valores del parámetro parecen decrecer con la temperatura, pero las diferencias no son estadísticamente significativas, debido a la variabilidad propia de los resultados de los materiales biológicos. De nuevo se encuentran diferencias importantes en la rigidez estructural de ambas arterias, con valores significativamente superiores en el caso de la carótida.

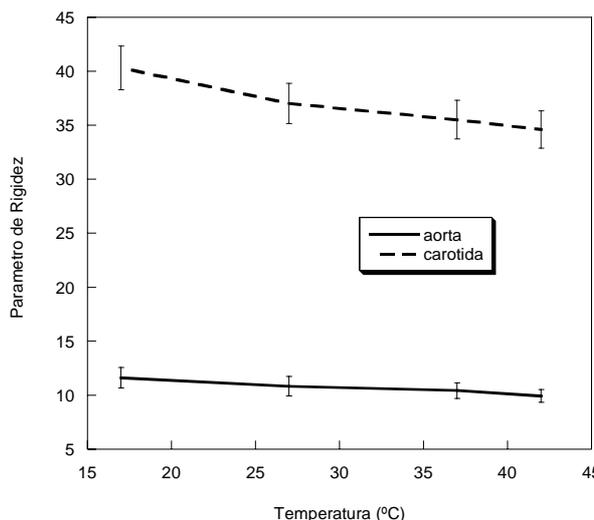


Fig. 7. Parámetro de rigidez β para las dos arterias estudiadas en función de la temperatura. Las barras representan el error de la media (σ).

6. CONCLUSIONES

En este trabajo se resumen los principales resultados obtenidos sobre la influencia de la temperatura en el comportamiento termomecánico de las arterias humanas, fruto de una colaboración reciente entre el Departamento de Ciencia de Materiales (UPM) y los Hospitales Clínico y Puerta de Hierro de Madrid.

Los resultados obtenidos muestran que el efecto combinado de la presión interior y la temperatura pueden afectar de forma importante al comportamiento de las arterias, lo cual debe ser tenido en cuenta para el desarrollo de tratamientos clínicos y para el desarrollo de ecuaciones constitutivas de los tejidos arteriales.

También se ha mostrado que la influencia depende del tipo de arteria estudiado y de su estructura, lo que justifica la necesidad de más datos experimentales centrados en los vasos que tienen más interés en sus aplicaciones clínicas.

AGRADECIMIENTOS

Los autores desean agradecer la ayuda prestada por el Ministerio de Ciencia y Tecnología a través del proyecto MAT 2005-6320. Asimismo les gustaría mostrar su agradecimiento al profesor Hayashi y los doctores Goicolea y García Montero por sus útiles comentarios.

REFERENCIAS

- [1] Atienza J.M., Guinea G.V. y Elices M. "Colapso de conductos presurizados: aplicación a los vasos sanguíneos". *Anales de Mecánica de la Fractura*, vol. 19, pp. 519-524 (2002)
- [2] Humphrey JD, *Mechanics of the arterial walls: review and directions*, *Crit Rev Biomed Eng* 23, 1-162, 1995.
- [3] Schulze-Bauer CAJ, & Holzapfel GA, *Determination of constitutive equations for human arteries from clinical data*, *J Biomech* 36, 165-169, 2003.
- [4] Hayashi K, *Experimental approaches on measuring the mechanical properties and constitutive laws of arterial walls*, *J Biomech Eng* 115, 481-488, 1993.
- [5] Khatri P, Babyak M, Croughwell N, Davis R, White W, Newman F, Reves J, Mark D, & Blumenthal J, *Temperature during coronary artery bypass surgery affects quality of life*, *Ann Thorac Surg* 71, 110-116, 2001.
- [6] Goicolea J, Arganda L, Alfonso F, Hernandez R, Segovia J, Rodriguez A, & Macaya C, *Mechanisms of Radiofrequency Thermal Balloon Angioplasty. A Study with Intracoronary Ultrasound*, *J Am College Cardiology* 25(2), 143A-144A, 1995.
- [7] Kang T, Resar J, & Humphrey JD, *Heat-Induced changes in the mechanical behavior of passive coronary arteries*, *J Biomech Eng* 117, 86-93, 1995.
- [8] Orihara K, Biro S, Hamasaki S, Eto H, Miyata M, Ikeda Y, & Tei Ch, *Hyperthermia at 43°C for 2h inhibits the proliferation of vascular smooth muscle cells, but not endothelial cells*, *J Mol Cell Cardiol* 34, 1205-1215, 2002.
- [9] Roy CS, *The Elastic Properties of the Arterial Wall*, *J Physiol* 3, 125-159, 1880.
- [10] Lawton RW, *The thermoelastic behaviour of isolated aortic strips of the dog*, *Circ Res* 3, 344-353, 1954.
- [11] Dobrin PB, & Canfield T, *Identification of smooth muscle series elastic component in intact carotid arteries*, *Am J Physiol* 232, H122-130, 1977.
- [12] Herrera B, Eisenberg G, Holberndt O, Desco MM, Rábano A, García-Barreno P, & Del Cañizo JF, *Paradoxical effects of temperature on vascular tone*. *Cryobiology* 41, 43-50, 2000.
- [13] Atienza JM, Guinea GV, Burgos R, Elices ML, Elices M, Hayashi K, *Experimental data on the thermomechanical behaviour of human aorta*. *BIOMECH 2005 (III IASTED International Conference on Biomechanics)*, Benidorm, septiembre 2005.
- [14] Guinea GV, Atienza JM, Elices M, Aragoncillo P, & Hayashi K, *Thermo-mechanical behaviour of human carotid arteries in the passive state*, *Am J Physiol* 288, H2940-H2945, 2005.
- [15] Atienza JM, Aragoncillo P, Guinea GV, Goicolea FJ, Elices M. *Influencia de la temperatura en el comportamiento termomecánico de arterias humanas y su repercusión en la formación de inestabilidades*. *Anales de la Mecánica de Fractura* 20, pp 468-473, 2003.
- [16] Hayashi K, Handa H, Nagasawa S, Okamura A, Moritake K, *Stiffness and Elastic Behaviour of Human Intracranial and Extracranial Arteries*, *J Biomech* 13, 175-184, 1980.

ANÁLISIS BIOMECÁNICO DEL DESLIZAMIENTO DE LA CABEZA FEMORAL EN NIÑOS

O. Pasetá¹, M. J. Gómez-Benito¹, J. M. García-Aznar¹, C. Barrios², M. Doblaré¹,

¹GEMM. Campus Río Ebro. Ed. Agustín de Betancourt,
Universidad de Zaragoza, c/ María de Luna s/n, 50005-Zaragoza, España.
E-mail: jmgaraz@unizar.es
Tfno: 976 76 10 00 Ext. 5111. Fax: 978 76 25 78

²Unidad de Traumatología y Ortopedia,
Facultad de Medicina, Universidad de Valencia, P/ Blasco Ibañez 17,
46010 Valencia, España.
E-mail: carlos.barrios@uv.es

RESUMEN

En este trabajo se ha llevado a cabo un análisis por Elementos Finitos con el objetivo de estudiar la influencia de factores mecánicos en el desarrollo del deslizamiento de la cabeza femoral causa de la Epifisiólisis de Cadera (EC). La EC es una patología que consiste en el desprendimiento progresivo de la cabeza del fémur debido al fallo de la placa de crecimiento. Se desarrolló el modelo de los dos fémures de un niño afectado por la enfermedad en su fémur izquierdo. Los resultados obtenidos muestran un mayor valor tensional en la placa de crecimiento correspondiente al fémur enfermo, siendo esta diferencia importante en la zona de la placa donde habitualmente comienza el desprendimiento fisario.

ABSTRACT

In this work a Finite Element analysis was developed in order to study the mechanical factors that influence on the Slipped Capital Femoral Epiphysis (SCFE). SCFE is a disorder that consists on a progressive displacement of the femoral head over the femoral neck due to failure of growth plate. We have developed the both femora model of a child affected by this disorder in his left femur. Results show higher stresses in the growth plate of the affected femur. The difference in stresses is important in the region where usually physeal rupture starts.

ÁREAS TEMÁTICAS PROPUESTAS: Biomecánica Computacional

PALABRAS CLAVE: Deslizamiento de la Cabeza Femoral, Fémur, Biomecánica

1. INTRODUCCIÓN

En la etapa de crecimiento la cabeza y el cuello del fémur se encuentran unidos por medio de la placa de crecimiento. Esta placa tiene forma laminar y está constituida de un material de tipo cartilaginoso. Esta zona es la responsable del crecimiento en longitud del fémur durante la infancia y parte de la adolescencia, al final de la cual se cierra y se transforma en tejido óseo.

Al estar constituida por cartílago, la placa de crecimiento es, desde un punto de vista mecánico, la zona más débil de todo el fémur. Por ello, con cierta frecuencia suele aparecer una enfermedad llamada Epifisiólisis de Cadera (EC), que consiste en el deslizamiento progresivo de la cabeza femoral y de la placa de crecimiento provocando deformidad articular de la cadera, cojera y dolor (Figura 1).

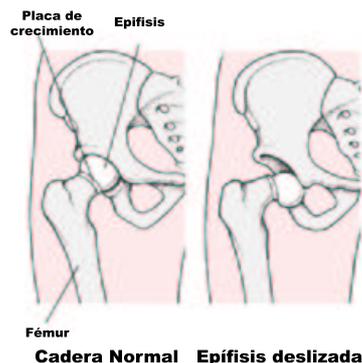


Figura 1: Deslizamiento de la Cabeza Femoral en la Epifisiólisis de Cadera (EC) [9].

Tras numerosas investigaciones encaminadas a determinar las causas de esta enfermedad, se ha concluido [1, 2] que ésta se produce debido al fallo mecánico de la placa de crecimiento, descartando otras posibles causas que se habían barajado como causas hormonales [11], genéticas [10] o traumáticas. Esta hipótesis está basada en el hecho

de que la mayor parte de los niños afectados son obesos y en las diferencias geométricas observadas entre fémures enfermos y sanos.

Esta enfermedad aparece en 5 de cada 100.000 niños de edades comprendidas entre los 10 y los 15 años [9]. Es importante su rápido diagnóstico, ya que su tratamiento detiene el deslizamiento. Debido a la deformación permanente en la zona proximal del fémur que sufren los afectados por el deslizamiento de la cabeza femoral, muchos de ellos desarrollan una artrosis prematura a los cuarenta años que en ocasiones requiere la colocación de una prótesis de cadera a una edad más temprana de lo habitual.

Hasta el momento todos los estudios realizados han consistido en comparar la geometría de distintos fémures y en recopilar ciertos datos de los pacientes, tales como peso, edad, altura. Sin embargo, hasta el momento no se había realizado ningún análisis por elementos finitos que estudiara la influencia de la geometría en las tensiones producidas en la placa de crecimiento ni las cargas más desfavorables que pueden producir la enfermedad.

2. MATERIAL Y MÉTODOS

Se realizaron las mallas correspondientes a la zona proximal (más cercana a la cadera) de los dos fémures de un niño de 14 años de edad y 92 kg de peso afectado por el EC en su lado izquierdo. La geometría fue obtenida a partir de un conjunto de tomografías axiales computerizadas (TAC) de la zona proximal de este niño. La malla correspondiente al fémur enfermo está formada por un total de 16772 elementos y 5817 nodos y la correspondiente al sano por 20353 elementos y 6719 nodos.

El fémur está formado por cuatro partes de diferentes materiales: una zona de tejido óseo cortical, dos de tejido óseo esponjoso y la placa de crecimiento, que separa las dos anteriores de tejido esponjoso y que está formada por un material cartilaginoso (Figura 2). Todos los materiales fueron simulados con un modelo de comportamiento elástico lineal homogéneo e isótropo y sus propiedades pueden observarse en la Tabla 1

Material	Módulo Elástico (MPa)	Coefficiente de Poisson
Tejido óseo cortical	17000	0.3
Tejido óseo esponjoso	700	0.2
Cartílago	5	0.45

Tabla 1: Propiedades mecánicas de los materiales que forman el fémur de un niño, modelados como elásticos lineales. [4, 3, 5, 6]

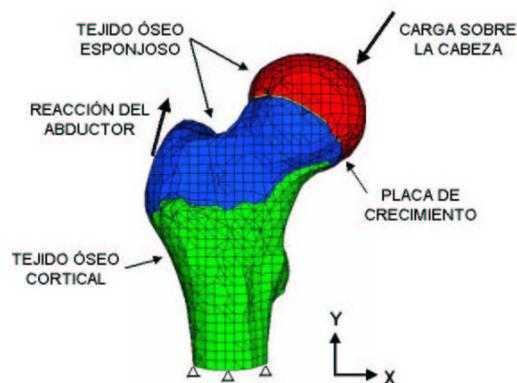


Figura 2: Malla correspondiente al fémur enfermo.

Una vez realizadas las mallas de los dos fémures se midieron los principales parámetros geométricos definidos sobre la zona proximal del fémur para comparar la geometría de distintos fémures. De estos parámetros se pueden destacar los siguientes:

- El área de la placa de crecimiento.
- El ángulo fisis-diáfisis (P.D.A.) es el ángulo formado por el eje de la diáfisis, que es la parte de mayor longitud del fémur, y la tangente a la placa de crecimiento (Ver figura 3 (b)).
- El ángulo de desprendimiento de la placa (P.S.A.) es el ángulo formado, según un corte frontal del fémur, por la tangente a la superficie de la placa y el plano horizontal (Ver figura 3 (b)).
- El ángulo cuello-diáfisis (N.D.A.) es el ángulo formado por los ejes de la diáfisis y del cuello femoral (Ver figura 3 (a)).
- El ángulo entre la placa y el cuello (N.S.P.S.A.) es el ángulo formado por el eje del cuello femoral y la normal a la superficie de la placa (Ver figura 3 (a)).
- El ángulo de desprendimiento posterior de la placa (L) es el ángulo existente, según un corte del fémur por el plano sagital, entre la tangente a la superficie de la misma y el plano horizontal (Ver figura 3 (c)).

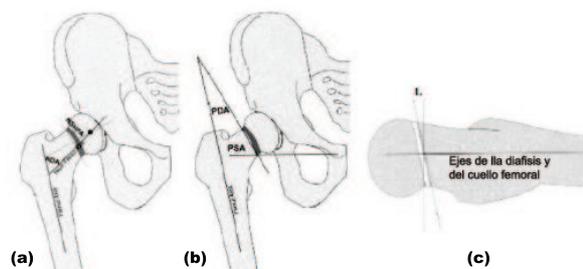


Figura 3: Principales parámetros geométricos definidos sobre el cuello femoral. [1, 2]

Los valores obtenidos se compararon con datos bibliográficos para ver si los fémures en estudio se encuentran dentro del rango habitual de fémures sanos y enfermos respectivamente (Ver Tabla 2).

Parámetro geométrico	Sano	Enfermo	Sanos [1]	Enfermos [1]
Área de la placa de crecimiento (cm ²)	30,9	24,7	15,2 ± 0,2	14,5 ± 0,12
Ángulo entre ejes de cuello y diafisis (N.D.A.) (°)	48	51	39,2 ± 6,3	39,2 ± 7,4
Ángulo entre ejes de placa y cuello (N.S.P.S.A.) (°)	18	14	8,1 ± 9,1	4,6 ± 10,4
Ángulo de desp. posterior de la placa (L) (°)	11	13	5,0 ± 2,8	13,6 ± 7,6

Tabla 2: Parámetros geométricos medidos sobre el cuello de los fémures en estudio y Rango habitual de dichos parámetros según bibliografía [1].

Se impidieron los desplazamientos en las tres direcciones coordenadas para todos los nodos de la superficie que delimita la geometría en la parte distal (Figura 2).

Se aplicaron las cargas correspondientes a caminar, subir escaleras y sentarse, que son las actividades que se realizan con mayor frecuencia y que en principio se estimaron como las más desfavorables. Las cargas correspondientes al ciclo de caminar y subir escaleras son variables y se repiten cíclicamente en cada paso. En este estudio no se han considerado los ciclos completos sino que únicamente se han estudiado los momentos más desfavorables, que se corresponden con el momento de apoyo del pie al caminar y subir escaleras, el momento de abducción y el de adducción. La carga que corresponde al niño sentado se supone inicialmente como una carga estática. En total se simularon cinco casos de carga, analizados por separado, todos ellos consistentes en cargas distribuidas sobre la cabeza del fémur y la reacción del abductor.

Los valores de las cargas correspondientes a cada uno de esos cinco casos de carga en las tres direcciones coordenadas (Figura 2) se pueden observar en la Tabla 3.

Caso de carga	Cab. dir. X	Cab. dir. Y	Cab. dir. Z	Abd. dir. X	Abd. dir. Y	Abd. dir. Z
1	-298.5	-2029.58	-271.07	707.52	701.68	124.46
2	680.51	-794.99	-376.68	-316.4	46.53	21.05
3	-329.47	-538.99	1205.80	191.90	405.02	-121.76
4	-378.97	-2087.4	-639.55	818.34	922.18	297.92
5	0	0	-940	-	-	-

Tabla 3: Cargas en N que actúan sobre los fémures del niño en estudio (cab. sobre la cabeza femoral; abd. sobre el abductor) en los casos de carga: 1.-Apoyo pie al caminar; 2.-Abducción; 3.-Adducción; 4.-Apoyo pie subir escaleras; 5.-Sentado. [7, 8].

La placa de crecimiento está constituida por cartílago. El fallo de éste se estima que fundamentalmente es debido a una combinación de tensiones de tracción, que producirían el despegue de la placa del tejido óseo, y de tensiones tangenciales, que provocarían su cizalladura. Por

ello se ha formulado una tensión equivalente similar a la de von Mises pero que tiene en cuenta este modo de fallo. Esta tensión equivalente viene dada por la expresión:

$$\sigma_{eq} = \sqrt{\langle \sigma_z^2 \rangle + 3(\tau_{xz}^2 + \tau_{yz}^2)} \quad (1)$$

Siendo:

σ_z : Tensiones normales

τ_{xz} y τ_{yz} : Tensiones tangenciales en dirección x e y respectivamente.

Como se puede observar esta expresión es muy similar a la de von Mises, la única diferencia es que cuando las tensiones normales son de compresión no se tienen en cuenta considerando únicamente las tensiones tangenciales.

Una vez realizados los correspondientes modelos de Elementos Finitos éstos fueron analizados por un programa de cálculo comercial (ABAQUS).

3. RESULTADOS

En este apartado se comparará la tensión equivalente producida en la placa de crecimiento del fémur enfermo y del sano.

Los resultados expuestos en este apartado representan la placa de crecimiento vista desde la perspectiva que se muestra en Figura 4.

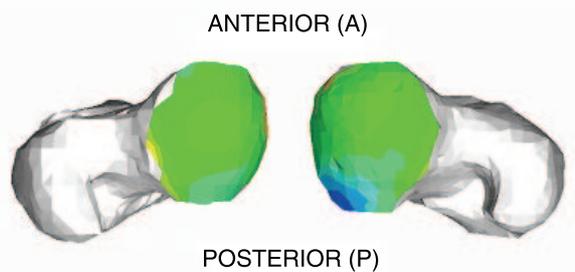


Figura 4: Esquema de la obtención de la vista de la placa de crecimiento.

Analizando los resultados obtenidos para la tensión equivalente, según el criterio de fallo a tracción y cortadura, se puede ver (Figuras 5 y 6) que la distribución de tensiones es similar en ambas placas, pero que éstas son, para todos los casos de carga, mayores en la placa correspondiente al fémur con EC que las correspondientes al sano. La diferencia es importante en una zona bastante localizada que coincide, según lo observado en tomografías de fémures con deslizamiento capital (Figura 7), con la zona donde suele comenzar el desprendimiento fisario.

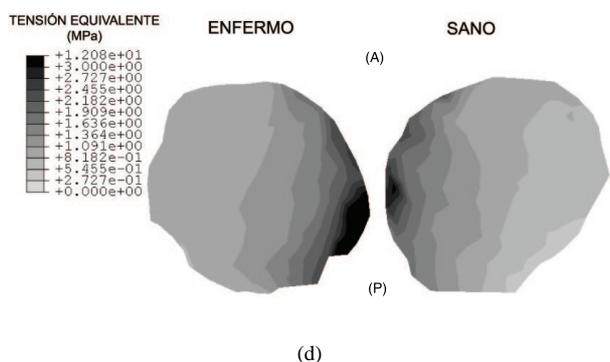
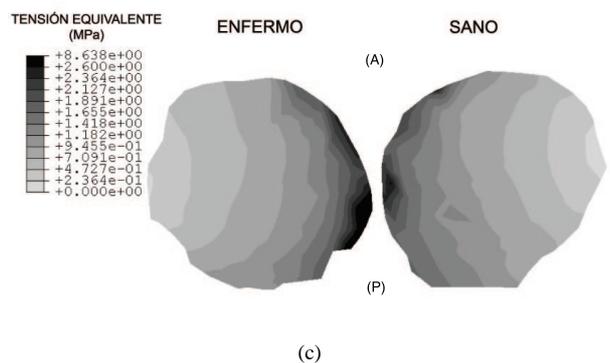
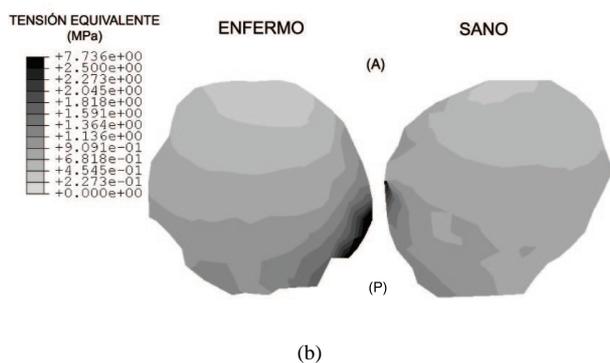
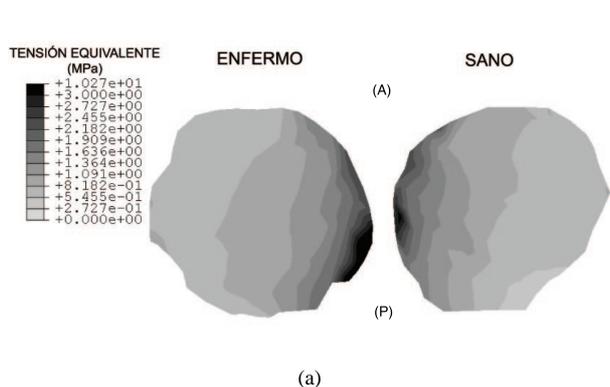


Figura 5: Tensión equivalente en las placas para los ciclos de caminar y subir escaleras: (a) Apoyo del pie al caminar; (b) Abducción; (c) Adducción; (d) Apoyo del pie al subir escaleras.

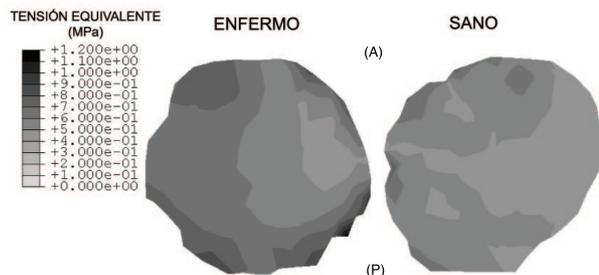


Figura 6: Tensión equivalente en las placas cuando el niño está sentado.

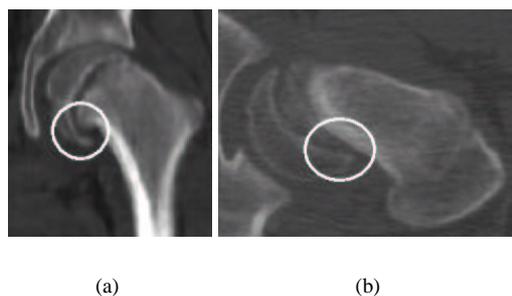


Figura 7: Tomografías de un fémur con EC donde se resalta la región donde comienza la fractura: (a) Tomografía frontal; (b) Tomografía axial.

De los casos de carga correspondientes a los ciclos de caminar y subir escaleras el correspondiente al momento de apoyo del pie al subir escaleras es aquel en el que se observa mayor diferencia entre placa sana y enferma, siendo la zona de mayor diferencia la zona medial. Además éste es el caso de carga más desfavorable, en el que mayor nivel tensional se alcanza en la placa de crecimiento. Observando una tomografía frontal de un fémur enfermo (Figura 7 a) es donde comienza el desprendimiento fisario con el consiguiente deslizamiento de la cabeza hacia el interior. En este caso de carga las tensiones máximas producidas en la placa enferma llegan casi a cuatuplicar (Figura 5 c) las producidas en la sana, diferencia que se produce, como ya se ha comentado en la zona interior.

En el caso de carga que corresponde al niño sentado la diferencia entre la placa sana y enferma es, en lo que a tensión equivalente se refiere, bastante importante pero el nivel de tensión es bastante inferior que en los ciclos de caminar y subir escaleras. Además, esta diferencia se produce en la zona posterior de la placa, que observando una tomografía de un fémur con EC (Figura 7), es la zona donde comienza el desprendimiento fisario con lo cual se produce un deslizamiento posterior de la cabeza femoral.

4. DISCUSIÓN

En primer lugar, en base a los resultados obtenidos se puede concluir que la tensión equivalente según el criterio de fallo a tracción y cortadura es superior en la placa

enferma que en la sana para todos los casos de carga, lo que hace que la primera es más propensa a fracturarse y producirse así la EC. La diferencia en el nivel tensional es importante en la zona donde habitualmente comienza el fallo de la misma en fémures con EC.

En segundo lugar se puede observar en la Tabla 2 que el fémur enfermo tiene un mayor valor del ángulo de desprendimiento posterior de la placa (L) y un menor valor del ángulo entre los ejes del cuello y de la placa (NSPSA) que el sano, lo que se traduce en una mayor verticalidad de la placa del enfermo. Además el área de la placa enferma es un 25 por ciento menor que la sana. Contrastando estos valores con datos bibliográficos [1] se puede ver que lo fémures enfermos presentan normalmente esta tendencia de mayor verticalidad de la placa y menor área de la misma.

Por ello se cree que el fallo de la placa de crecimiento se debe a la acción combinada de dos efectos:

- Las tensiones producidas al caminar o subir escaleras que son variables y cíclicas, con lo cual es probable una influencia negativa de la fatiga, y son máximas en la región interior de la placa. Estas cargas, que provocan cierta compresión en la misma, serían las responsables del desplazamiento medial de la cabeza en fémures con EC.
- Las tensiones que se producen en la placa cuando el niño está sentado son constantes y fundamentalmente tangenciales, siendo máximas en la región posterior de la misma, con lo cual la placa está trabajando a cizalladura pura durante el periodo de tiempo en el que el niño permanece sentado. Estas tensiones serían las causantes del deslizamiento posterior de la cabeza en fémures con EC.

Para finalizar, queda comentar que éste es un primer trabajo en el que, desde un punto de vista biomecánico, se analiza la problemática del deslizamiento de la cabeza femoral en niños con Epifisiólisis de Cadera. Se han considerado todos los materiales elásticos lineales y no se ha tenido en cuenta el posible efecto de la fricción en la placa de crecimiento, sin embargo con este modelo se ha podido predecir la zona donde comienza la fractura y ver diferencias tensionales entre fémur sano y enfermo.

REFERENCIAS

- [1] C. Barrios and M.A. Blasco and M.C. Blasco and J. Gascó, *Posterior Sloping Angle of the Capital Femoral Physis. A Predictor of Bilateral Slipped Capital Femoral Epiphysis*, Journal of Pediatric Orthopedics 25(4), pp. 1067–1078, 2005 Delft, The Netherlands, 1996.
- [2] J.W. Pritchett and K.D. Perdue, *Mechanical Factors in Slipped Capital Femoral Epiphysis*, Journal of Pediatric Orthopedics 3, pp. 385–388, 1989.
- [3] F.G. Evans, *Mechanical Properties of Bone*. Charles C. Thomas, Springfield, IL, 1973.
- [4] W.C. Hayes, Jr. L.W. Swenson, and D.J. Schurman, *Axisymmetric finite element analysis of the lateral tibial plateau*, Journal of Biomechanics 11, pp. 21–33, 1978.
- [5] R.L. Spilker and J.K. Suh and V.C. Mow, *A finite element analysis of the indentation stress-relaxation response of linear biphasic articular cartilage*, J Biomech Eng 114(2), pp. 191–201, 1992.
- [6] S.S. Kohles and J.B. Roberts, *Linear Poroelastic Cancellous Bone Anisotropy: Trabecular Solid Elastic and Fluid Transport Properties*, J Biomech Eng 114(5), pp. 521–526, 2002.
- [7] V.M. Goldberg, *In Vivo Hip Forces*, Raven press ltd., pp. 251–255, 1988.
- [8] N. Verdonshot and R. Huiskes, *Acrylic cement creeps but does not allow much subsidence of femoral stems*, The Journal of Bone and Joint Surgery 79(B), pp. 665–669, 1997
- [9] Morrisy, *Epifisiólisis de la cabeza Femoral*, Ars Medica, 2004.
- [10] A.M. Rennie, *The inheritance of slipped upper femoral epiphysis*, Journal of Bone Surgery Br 64, pp. 180–184, 1982.
- [11] S.R. Burrow, B. Alman and J.G. Wright, *Short stature as a screening test for endocrinopathy in Slipped Capital Femoral Epiphysis*, Journal of Bone Surgery Br 83, pp. 263–268, 2001.

MONOTONIC AND CYCLIC CONTACT OF A BIOACTIVE BILAYER COATING ON Ti6Al4V ALLOY IMPLANTS

J. Pavón-Palacio¹, E. Jiménez-Piqué¹, M. Anglada¹, E. Saiz², A. P. Tomsia²

¹Departament de Ciència dels Materials i Enginyeria Metal·lúrgica. Universitat Politècnica de Catalunya, Avda. Diagonal 647 (ETSEIB) 08028 Barcelona. Espanya.
E-mail: juan.jose.pavon-palacio@upc.es
Tel: 34 934010712; Fax: 34-934010706

²Materials Sciences Division, Ernest Orlando Lawrence Berkeley National Laboratory, Berkeley, CA 94720, U.S.A.
esaiz@lbl.gov

RESUMEN

La fijación de los implantes metálicos al hueso receptor mejora si se modifica la superficie bioinerte haciéndola bioactiva. Una de las rutas para conseguir esto es aplicar un recubrimiento de vidrio bioactivo que precipite hidroxiapatita en fluido fisiológico. En este trabajo se estudia la respuesta al contacto Hertziano (esférico), monotónico, estático y cíclico, de un recubrimiento bicapa bioactivo sobre Ti6Al4V. Las capas fueron obtenidas por esmaltado mediante la inmersión secuencial en una suspensión de partículas de vidrio seguida por calcinación. La capa interna está compuesta de vidrio con alto contenido de SiO₂ (64 % p/p) para evitar agrietamiento y delaminación por las tensiones residuales, mientras la capa externa consiste en una matriz de vidrio con bajo contenido de SiO₂ (53 p/p) con partículas dispersas de hidroxiapatita para promover la precipitación de nueva apatita. Durante los ensayos monotónicos se observó que el daño inducido en la capa exterior, por los diferentes radios de esfera usados, consiste en una secuencia de dos eventos de tipo frágil (grietas anillo y cono) seguidos por grietas anillo-cono secundarias, grietas radiales y delaminación de la capa externa. La aparición de estos últimos daños fue sensible al radio de esfera utilizado. La grieta anillo fue usada como criterio para la evaluación comparativa de la influencia de cargas estáticas y cíclicas sobre el agrietamiento observado en aire. Los resultados ponen de relieve la degradación de esta capa bajo ambos tipos de carga, siendo más severa bajo carga cíclica, lo cual se atribuye a una mayor microfisuración por la presencia de las partículas de hidroxiapatita. En fluido fisiológico simulado (FFS), los criterios de daño utilizados fueron el área superficial dañada, el perfil de daño y el análisis por SEM-EDS del daño ya que la disolución-precipitación irregular de la capa externa, no permite utilizar la grieta anillo como criterio. Los resultados en FFS también mostraron la degradación bajo ambos tipos de carga, siendo también más severa bajo carga cíclica debido a la microfisuración de la capa de apatita precipitada.

ABSTRACT

The fixation of the metallic implants to the hosting bone can be improved if the bionert surface is modified with a bioactive material. One of the possible methods is to apply a bioactive glass coating able to precipitate hydroxyapatite in presence of body fluid. In this work, the response to monotonic, static and cyclic Hertzian (spherical) contact of a bioactive bilayer coating on Ti6Al4V is investigated. The layers were fabricated using an enamelling technique by sequential dip coating in suspensions of the glass powders followed by firing. The inner layer is composed of a glass with a high content of SiO₂ (64 wt%) in order to avoid cracking and delamination due to residual stress, and the outer layer consists of a glass matrix with a low content of SiO₂ (53 wt%) with disperse particles of hydroxyapatite to promote the precipitation of new apatite. The induced damages during monotonic tests with different radius of sphere appears in a sequence of two brittle events (ring and cone cracks) followed by secondary ring-cone cracks, radial crack and delamination of the outer layer. These later damages were sensitive to the radius of sphere used. The ring crack was used as criteria for the comparative evaluation of the influence of static and cyclic loads in cracking in air. The results showed the sensitivity of the outer layer to degradation under both loading conditions, being more severe for cyclic loading which is attributed to the extended microcracking associated to the presence of the hydroxyapatite particles. The *in vitro* behaviour in simulated body fluid (SBF) was evaluated by using as damage criteria the surface damaged area, the damage profile and the SEM-EDS analysis of the damage, because the irregular surface resulting from the dissolution-precipitation in SBF avoided to use the ring crack as criteria. The results in SBF also showed degradation under both static and cyclic loading. Degradation was more severe under cyclic loading due to the microcracking of the precipitated apatite layer.

ÁREAS TEMÁTICAS PROPUESTAS: Biomateriales y Biomecánica.

PALABRAS CLAVE: Hertzian contact; Contact fatigue; Implants.

1. INTRODUCTION

Titanium and its alloys have had considerable advantages over other metals for use in orthopaedics and dentistry as hip stems, knee prostheses, or screws for dental implants. Their inertness, which yields excellent biocompatibility and nonsensitization of tissues, as well as their mechanical properties, are the main reasons for this application. However, the lack of interaction between these implants and the tissue around them, which is the reason to categorize them as bioinert materials [1], can allow micro-movements due to the thin capsule of fibrous tissue formed around the implant. This can yield to interfacial failure and loosening of the implant. Various surface treatments of implant alloys have been developed, including appropriately roughening [2], bonelike apatite coatings by biomimetic methods [3] and mainly plasma spraying of hydroxyapatite-like coatings [4]. Despite numerous histological studies provide evidence that plasma spraying coatings exhibit good osseointegration [5], some of the major causes of failure of coated metal implants coated lies in the poor adhesion of the coating to the alloy [6].

A bioactive glass which can precipitate hydroxyapatite *in vivo*, as the Bioglass® developed by Hench et al. [7], has been used as alternative method to coat metallic implants via enamelling, glazing, rapid immersion in molten glass, flame-spray coating, or plasma spraying [8]. Although excellent *in vitro* behaviour has been obtained with some coatings, most of them were marred by cracking and poor reliability at the glass/metal interface [9] due to the stress associated with thermal expansion mismatch with the substrate and the excess of interfacial reaction. In a previous work it was shown the possibility of fabricating glass coatings on Ti-based alloys using a simple enamelling technique [10] based on the Bioglass® composition of Hench. The coatings with higher SiO₂ (>64 wt%) and partial substitution of the original K₂O and MgO with Na₂O and CaO, respectively, were well adherent and macrocracks-free but not bioactive. Meanwhile, coatings with lower SiO₂ (i.e. 53 wt%) were bioactive but with macrocracks due to large thermal stresses. Recently it has been shown that a functionally graded glass coating with a surface layer containing a mixture of a low-silica glass (53 wt%) and synthetic hydroxyapatite particles (5 wt%), and a high silica layer (64 wt%) in contact with the alloy promoted both the precipitation of new apatite during tests *in vitro* and good adhesion and no cracking of the coating [11].

Once *in vitro* behaviour has been evaluated, it is required a study of the mechanical response of the bilayer before consider the use of coated implants at clinical level. However, the evaluation of intrinsic mechanical properties of a coating is a very difficult task by traditional methods. The Hertzian (spherical) indentation method has inherent advantages for

mechanical characterization of coatings because of its simple test configuration with small specimens required and also because its suitability for studying pure elastic contact following the evolution of damage modes in the transition to full plasticity [12]. Previous works have shown that the Hertzian indentation is a powerful tool to simulate some biomechanical loading conditions, specifically the basic elements of occlusal [13]. It is also well known that concentrated loads, static and cyclic, of characteristic radius are responsible of the degradation of ceramics once implanted by creating and propagating cracks [14]. Therefore, the aim of this work is to characterize the mechanical response of a bioactive bilayer coating on Ti6Al4V to Hertzian monotonic, static and cyclic loading in air and in simulated body fluid (SBF). This paper is arranged in the following sequence. A description of the coating preparation, characterization techniques and mechanical testing is presented in Section 2. Microstructural characterization results are showed in Section 3.1. Damages modes produced during a monotonic test in air are presented in Section 3.2. The sensitivity of the first cracking in air to static and cyclic loads is described in Section 3.3. Degradation under static and cyclic loads in SBF is presented in Section 3.4. Finally, the paper concludes in Section 4 with a summary of the salient findings of this work.

2. EXPERIMENTAL PROCEDURE

2.1 Coating fabrication

The starting glasses were prepared following a standard procedure [10]. The compositions of the glasses are shown in Table 1.

	SiO ₂	Na ₂ O	K ₂ O	CaO	MgO	P ₂ O ₅	CTE (10 ⁻⁶ °C ⁻¹)
6P53B	52.7	10.3	2.8	18.0	10.2	6.0	11.5
6P64	64.1	9.8	2.7	11.1	6.3	6.0	9.1
Bioglass®	45	24.5	0.0	24.5	0.0	6.0	15.1

Table 1. Chemical compositions of the glasses (in wt%). Bioglass® has been included for comparison purposes.

The coefficient of thermal expansion was measured between 200°C and 400°C [11].

Bilayered coatings were fabricated by sequential dip coating of Ti6Al4V beams (99.0% purity, 45x5x4 mm) previously polished with diamond suspension up to 1 µm particle size and cylinders (3 mm diameter and 20 mm length) with good finishing from machining. All specimens were cleaned in ultrasonic baths of acetone and ethanol before coating. Dip coating operation was performed by using an electromechanical Instron machine (model 1175). The first layer of high-silica glass (6P64) was obtained by dipping in a suspension of glass particles (13 ± 2 µm) in ethanol continuously stirred. Afterwards, the first layer was dried in air at room temperature during 2 hours and then fired in a

dental furnace (Unitek Ultra-Mat) following the firing conditions determined in a previous work [10]. During firing, the glass particles are joined due to a sintering process. The outer layer of low-silica glass with dispersed particles of synthetic hydroxyapatite with a particle size $< 1\mu\text{m}$, (6P53B+5wt%HA), was obtained also by dipping in a suspension of particles in ethanol and over the previous 6P64 coating by following the same conditions.

2.2 Microstructural characterization

Coating thickness was measured using optical microscopy by observations of the cross-section. This method was also used to observe the coating microstructure revealed after acid etching (10 ml HNO_3 , 6 ml HF and 80 ml H_2O). SEM and EDS analysis was also performed on the samples surface and cross-sections. Coating porosity was estimated by surface image analysis. Crystallization of the coating was evaluated by X-ray diffraction (XRD).

2.3 Hertzian contact testing

The monotonic tests were carried out with WC-Co spheres using an electromechanical Instron machine (model 8562) with a 1 kN load cell. The radiuses of the spheres were 0.5, 0.8, 1.25, 1.6 and 2.5 mm, and the load rate was 2 N s^{-1} . The damage produced was inspected by optical microscopy. The static loading tests in ambient air (relative humidity $\sim 40\%$) were performed with the sphere of 0.8 mm by applying loads lower than the critical one to produce the first damage during the monotonic test. The damage produced was inspected after a certain time by observing the contact surface. If no ring cracking was observed, a new test was performed in another location of the coating during longer time. Once this damage was detected, other tests were done with shorter contact time in order to bound the time for ring cracking, t_f . This time was defined as that for which at least three tests presented this damage, and two tests with 5% shorter contact time for which it did not appear. The ring cracking under cyclic loading was evaluated by applying the same maximum loads, P_{max} , and sphere as for static loading by using a servo-hydraulic Instron machine (model 8511). The loading was applied in sinusoidal wave-form at frequency, $f = 10\text{ Hz}$ and with a load ratio ($R = P_{\text{min}}/P_{\text{max}}$) of 0.2. The number of cycles for ring cracking (N_f) was determined by the same methodology as before. The ring cracks generated in all tests were analysed by SEM. Static and cyclic tests in simulated body fluid (SBF) were performed after 2 months of immersion in SBF at 37°C in order to allow an homogeneous formation of hydroxyapatite [10]. Fig. 1 shows the set-up for the tests. Degradation under static loading in SBF was studied by using the same electromechanical Instron machine (model 8562) by applying loads between 15N and 30N. The evolution of damage with the time was analysed by the projected damaged area (PDA) criteria, the damage profile (DP) and the SEM-EDS analysis. A

CSM scratch tester (Revetest) was used to measure the DP by performing a test using a diamond spherical indenter (200 μm diameter) with a constant load of 0.5 N, a scratch speed of 3 mm/min and a scratch length of 1mm. Degradation under cyclic loading was studied by

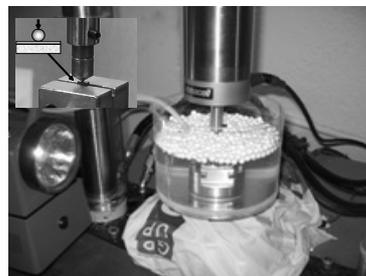


Figure 1. Set-up for static and cyclic Hertzian test in simulated body fluid (SBF).

using the same servo-hydraulic Instron machine (model 8500) with the same P_{max} and sphere used for static loading.

3. RESULTS AND DISCUSSION

3.1 Microstructural characterization

The thickness of the bilayer coating was approximately of 125 μm , with each individual layer ranged between 50 and 75 μm (Fig 2). The outer layer presents small pores and microcracks due to trapped air and separation between the sintered particles, respectively. Microcracks can be also observed in the interface between HA particles and the glass matrix due to thermal expansion mismatch. This layer has small crystallization products of the glass observed by XRD and corresponding to sodium calcium phosphate, sodium calcium silicate, and diopside. The microstructure observed by SEM (Fig. 2) is the result of preferential etching at the boundaries between sintered particles. On the other hand, the inner layer presents some large bubbles due to the oxygen associated to the titanium silicide layer formed at the interface with the alloy during the double firing [15]. The crystalline phase present is the sodium calcium phosphate.

3.2 Damage sequence during Hertzian monotonic test

Fig. 3 summarizes the damages presented for each sphere used. Ring cracking is the first damage for all the spheres (Fig. 4a). This is due to tensile stress at the surface which makes “runs around” a surface flaw located close to the contact perimeter [16]. The second damage, cone crack (Fig. 4b), is the consequence of reaching a second critical condition in which the ring begins to flare out into the frustum of a cone. Note that the critical load to cone crack is nearly proportional to the radius of sphere, $P_c \propto r$, which implies that the flaws size of the outer layer is within the Auerbach range [17]. The fact that the ring-cone cracks are the first

damages indicates that the induced tensile stress at the lower surface of each layer is smaller compared with tensile stress at the surface of the coating and too low to induce any radial crack.

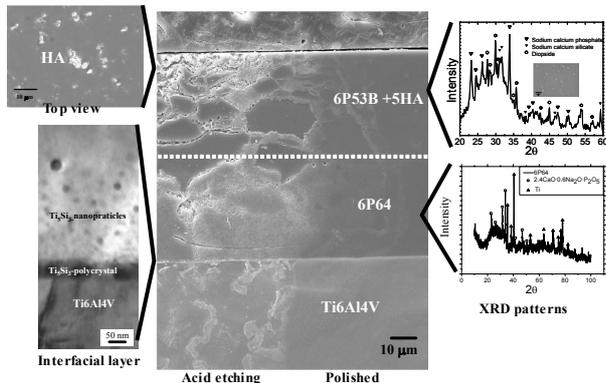


Figure 2. Microstructure overview of the bilayer

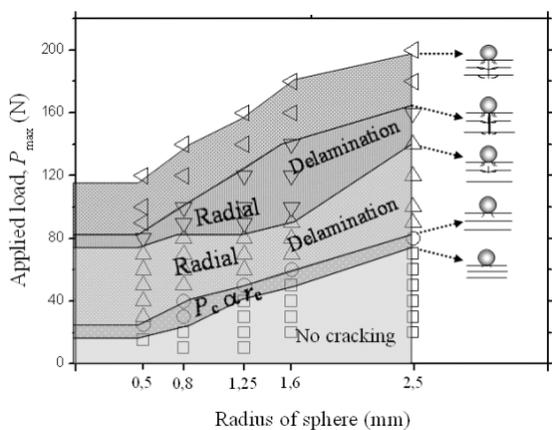


Figure 3. Map of damage sequence during Hertzian monotonic test for various radius of sphere.

For higher applied loads, the damage route to reach the next type of damage become sensitive to the radius of the sphere as can be observed in Fig. 3. This is due to the different stress field induced in the layers and the interfaces. For small radius, biaxial tensile stress induced at the interfaces is predominant and, therefore, radial cracking. By contrast, large radius can induce higher shear stress in both the inner layer and the metallic substrate promoting delamination.

3.3 Cracking by static and cyclic Hertzian loading in air

Fig. 5 presents the comparison between the time to ring cracking in air under static and cyclic loading, together with the theoretical curve of prediction of the time to failure under cyclic loading, based on the hypothesis that only stress corrosion cracking occurs. This curve was plotted on the basis of the work of Evans and Fuller [18] by assuming that failure under both cyclic and static loading is caused by the same crack growth mechanisms. Then, for $R = 0.2$, the P_{max} range used, and an n value of a similar glass coating, $n \approx 30$ [19],

we obtain that $t_{cyclic} \approx 10t_{static}$. However, from the results shown in Fig. 5 it can be seen that, by calculating the failure time by $t_{cyclic} = N/f$, ring cracking appears at

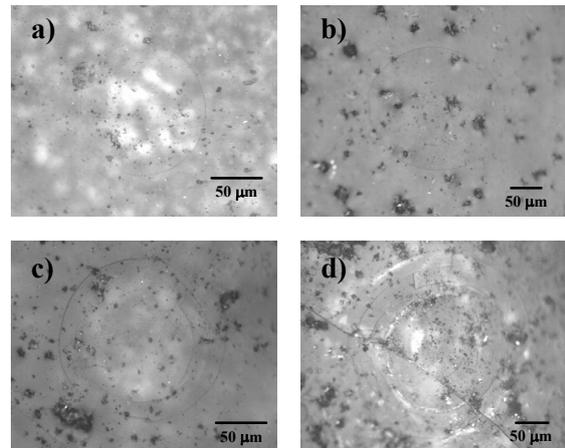


Figure 4. Micrographs of damages associated to the map of Fig. 3: a) Ring crack; b) Cone crack; c) Secondary cone cracks, delamination and radial crack of the outer layer; d) Radial crack through both layers. $r = 0.8$ mm.

shorter times than under static loading. Then, the results show the existence of a cyclic fatigue effect. This implies mechanisms which are different from those which act under static loading. By looking in detail to the ring crack produced under static loading (Fig. 6a), it can be appreciated that the crack is sharp which is typical of stress-corrosion crack in glasses. By contrast, Fig. 6b shows that the cyclic ring crack is tortuous with debris between the crack wakes. This debris indicates the presence of a microcracked damaged zone [20] which is the consequence of the microfracture at the borders of the sintered particles. In a previous work, this mechanism was also observed in the inner layer, 6P64 [21], and microcracking shielding degradation was proposed to be the fundamental mechanism for cyclic fatigue. In the case of this outer layer, the microcracks present are more evident than in the 6P64 due to additional residual stress induced by the presence of the HA particles. The effect of the residual stress is reflected in the microcracks in the glass matrix (Fig. 6c) as well as in the borders between the matrix and the HA particles (Fig. 6d). The former are the result of the higher thermal expansion of the composite 6P53B+5HA with respect to that of 6P53B ($11.5 \times 10^{-6} \text{ }^\circ\text{C}^{-1}$ [11]), which is too high compared with that of Ti6Al4V ($9.4 \times 10^{-6} \text{ }^\circ\text{C}^{-1}$). The second ones are the consequence of the residual stress in the interface between the HA particles and the glass matrix [11].

3.4 Degradation by Hertzian static and cyclic loading in Simulated Body Fluid (SBF)

Fig. 7 shows the bilayer coating after 2 months in Simulated Body Fluid (SBF) and just before starts the static and cyclic tests. From the top view, it is observed the apatite layer, consisted of nanosized hydroxyapatite crystals (50-100 nm) with flake-like morphology. The

SEM-EDS analysis of the cross-section shows the apatite layer and three other regions: a) the 6P64 layer (~50 μm); b) the remaining 6P53B+5HA (~40 μm); c) a Si-rich layer (~20 μm); and d) the precipitated apatite (~20 μm).

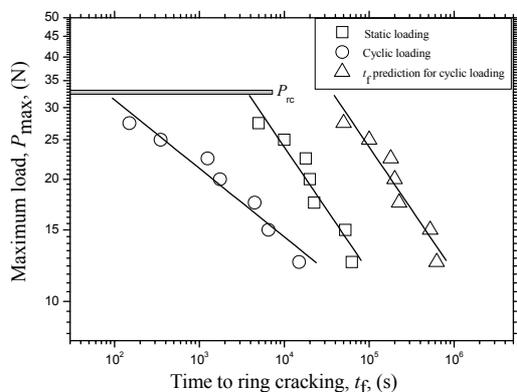


Figure 5. Comparison of times to ring cracking under static and cyclic loading in air.

The morphology observed of the HCA layer and the presence of the Si-rich layer are typical of the precipitation process described by Hench et al. [7]. Note that both the apatite and the remaining outer layer are visibly cracked. In the apatite, this is due to dehydration, meanwhile, in the outer layer is due to a stress-corrosion cracking, because of tensile thermal stress.

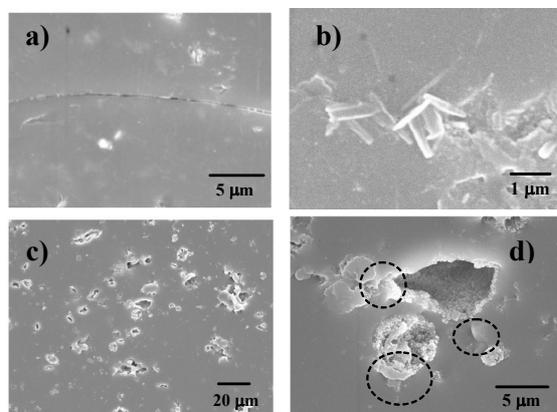


Figure 6. SEM micrographs of a detail of the ring cracks under static and cyclic loading in air, a) and b); and of the microcracks in the glass matrix and in the interface glass/HA, c) and d).

Fig. 8 presents the 3D correlations to the experimental data of projected damaged area (PDA) for static and cyclic loads, for a range of contact times. It is clear that both kinds of loading produce larger degradation as compared with monotonic loading. In addition, the plot of Fig. 8 shows that degradation under cyclic loading is more severe than under static loading. The analysis of damages (Fig. 9) suggests that this higher degradation is due to microcracks present in both the precipitated apatite layer and the remaining outer layer. During the first contact, the collapse of the outer apatite layer is the

same under both loading conditions due to the morphology and the low fracture toughness of this layer avoiding any option to form a ring crack. However, for increasing cycles, the presence of microcracks promotes

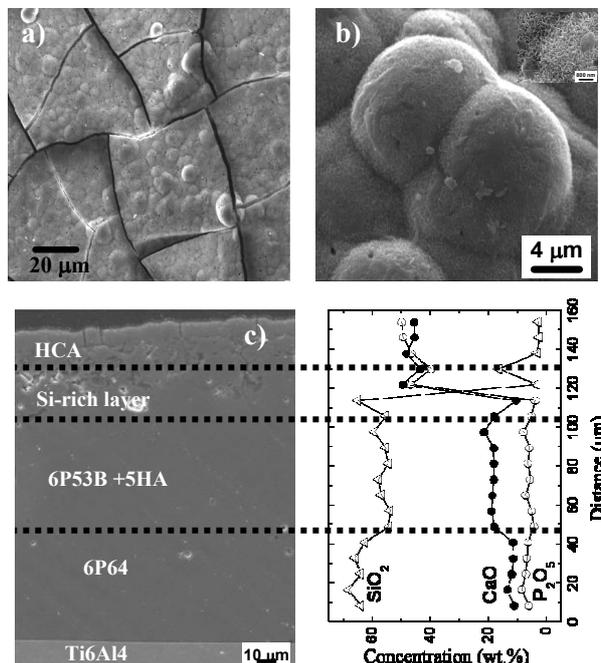


Figure 7. Microstructure of the bilayer coating after 2 months in SBF: a) General top view of the HCA layer; b) Detail of the HCA layer showing an agglomerate of the nanosized flake-like crystals; c) SEM-EDS analysis of the

a quasi-plastic damage due to shear stress induced between the wakes of the microcracks [22]. This effect is enhanced by the presence of SBF. On the other hand, the damage under static loading is only due to stress-corrosion cracking. Note that, the cyclic loading not only produces a larger PDA, but also the centre of the damaged is more cracked (Fig. 9d) and the penetration depth is larger (Fig. 9f). In concordance with the maximum penetration depth observed in Fig. 9, the EDS of the centre of damage always showed a remaining apatite layer.

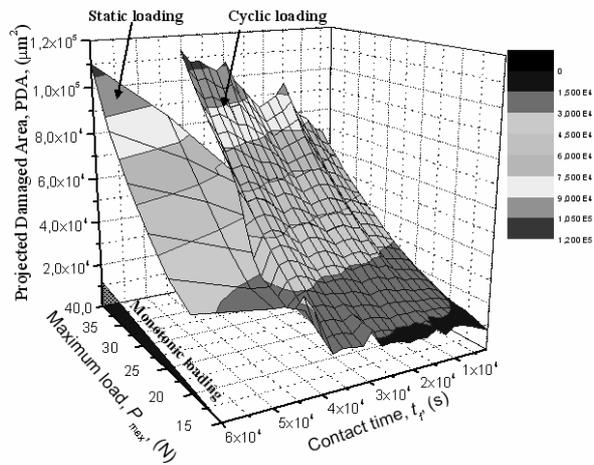


Figure 8. 3D correlations to experimental data of projected damaged area (PDA) in SBF.

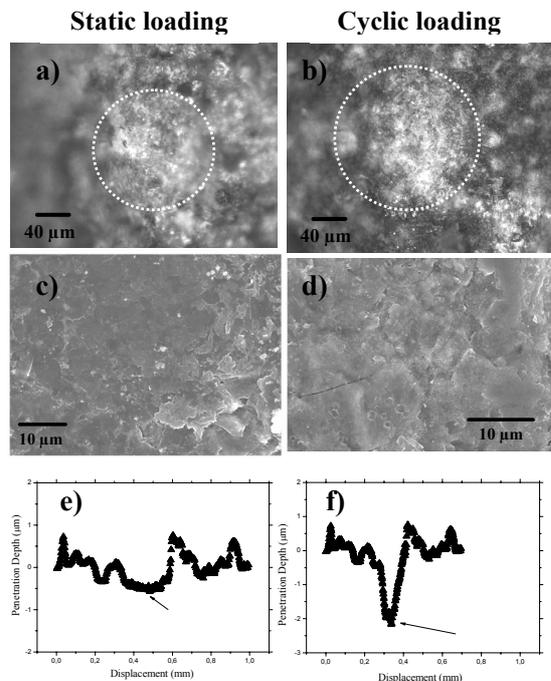


Figure 9. Analysis of damage in SBF under static and cyclic loads for $P_{max} = 20$ N and $t_c = 40000$ s: a) and b) OM top views; c) and d) SEM detail of the centre of damage; e) and f) DP.

4. CONCLUSIONS

From the results of the response to Hertzian contact of a bioactive bilayer coating on Ti6Al4V, the following conclusions can be drawn:

1. The damage under Hertzian monotonic tests begins by a ring crack which becomes a cone crack for a load slightly higher. This behaviour is coincident with the response of a brittle monolith. Further routes of damage were sensitive to the radius of the sphere and the associated stress induced in both the interfaces and bulk of the layers.
2. Comparison between static and cyclic tests revealed a cyclic fatigue effect. Microcracks, mostly due to the HA particles, induce shielding whose degradation under cyclic loading is the mechanism responsible for cyclic fatigue.
3. Static and cyclic tests in SBF showed degradation under both kinds of loading. Degradation under static loading was attributed exclusively to stress-corrosion cracking of microcracks. The degradation under cyclic loading was more severe because, besides the same stress-corrosion effect, there is degradation associated to a quasi-plastic damage due to microcracks. A remaining apatite layer was always present after both kinds of tests, especially after static loading. This is a determinant factor for the further biomedical application

ACKNOWLEDGMENTS

This work is supported by the Spanish Ministry of Science and Technology through grant No. MAT2005-

01168, the NIH/NIDCR (U.S.A.) Grant No. IR01DE11289 and the European Reintegration Grant MERG-CT-2005-015047-015047. J. Pavón wishes to thank Colciencias-Colombia for financial sponsorship of his Ph.D. studies.

REFERENCES

- [1] Hench, L.L., *J Am Ceram Soc*; pp. 1705–1728, 1998.
- [2] Bowers, K.T., Keller, J.C., Randolph, B.A., Wick, D.G., Michaels, C.M., *Int J Oral Maxillofac Implants*, pp. 7:302–10, 1992.
- [3] Kim, H.M., Miyaji, F., Kokubo, T. and Nakamura, T. *J Biomed Mater Res*, p. 409, 1996.
- [4] Xue, W., Tao, S., Liu, X., Zheng, X.B., D. Ch., *Biomaterials*, pp. 415–421, 2004.
- [5] Wheeler, D.L., Campbell, A.A., Graff, A.L., Millar, G.J., *J Biomed Mater Res*, pp. 539–43, 1997.
- [6] Lacefield, W.R., In: Hench, L.L., Wilson, J., editors. *An Introduction to Bioceramics*, Singapore, World Scientific, pp. 223–238, 1993.
- [7] Hench, L.L., Splinter, R.J., Allen, W.C., Greenlee, T.K., *J Biomed Res Symp*, p. 117, 1971.
- [8] Chern-Lin, J.H., Chen, K.S., Ju, C.P., *Mater Chem Phys*, pp. 282–289, 1995.
- [9] Hench, L.L., Anderson, Ö., In: Hench, L.L., Wilson, J., editors, *An Introduction to Bioceramics*, Singapore, World Scientific, pp. 239–260, 1993.
- [10] Pazo, A., Saiz, E., Tomsia, A.P., *Acta Mater*; pp. 2551–2558, 1998.
- [11] Lopez-Esteban, S., Gremillard, L., Saiz, E. and Tomsia, A.P., unpublished work.
- [12] Lawn, B.R., *J Am Ceram Soc*, pp. 1977-94, 1998.
- [13] DeLong, R. and Douglas, W. H. *J. Dent. Res.*, p. 32, 1983.
- [14] Peterson, I. M., Pajares, A., Lawn, B.R., Thompson, V.P. and Rekow, E.D. *J. Dent. Res.*, p. 589, 1998.
- [15] Oku, T., Suganuma, K., Wallenberg, L.R., Tomsia, A.P., Gomez-Vega, J.M., Saiz, E., *J Mat Sci.: Mat Med.*, p. 413, 2001.
- [16] Lawn, B.R., “*Fracture of brittle solids*” (2nd ed.). Cambridge University Press, Cambridge, pp. 249-299, 1993.
- [17] Auerbach, F., *Ann Phys Chem*, p. 61, 1891.
- [18] Evans, A.G., Fuller, E.R., *Metall Trans*, p. 23, 1974.
- [19] Pavón, J., Jiménez-Piqué, E., Anglada, M., López-Esteban, S., Saiz, E., Tomsia, A., *J Eur Ceram Soc*, pp 1159-1169, 2006.
- [20] Dauskardt, R., Ritchie, R.O., In: *Proc. Of the Eng. Foundation Conf. on fatigue of Adv. Mat.*, pp.133, 1991.
- [21] Pavón, J., Jiménez-Piqué, E., Anglada, M., Saiz, E., Tomsia, A.P., *Acta Mater*, submitted.
- [22] Guiberteau, F., Padture, N.P., Lawn, B.R., *J Am Ceram Soc*, pp. 1825-31, 1994.

EL EFECTO DE LA IRRADIACIÓN ULTRAVIOLETA SOBRE LA SEDA DE ARAÑA

J. Pérez Rigueiro, M. Elices, G.R. Plaza, G.V. Guinea

Departamento de Ciencia de Materiales, E.T.S. de Ingenieros de Caminos,
Canales y Puertos, Universidad Politécnica de Madrid, C/ Profesor Aranguren s/n,
28040 Madrid, España.
jperez@mater.upm.es

RESUMEN

Se ha analizado la influencia de la radiación ultravioleta con una longitud de onda de 254 nm sobre la seda de araña bajo dos condiciones de alineamiento molecular inicial: hilado forzoso (FS) y máxima supercontracción (MS). Se ha encontrado que la radiación ultravioleta disminuye la tensión de rotura y la deformación de rotura sin modificar el aspecto general de la curva tensión-deformación. Se ha aprovechado la radiación UV para introducir daño local en las fibras con objeto de realizar un análisis fractográfico sistemático. Las superficies de fractura son esencialmente planas, si bien se observan mayores irregularidades en las muestras irradiadas por debajo de cuatro horas. Las superficies de fractura encontradas son compatibles con la microestructura del material según se observa mediante microscopia de fuerzas atómicas.

ABSTRACT

The influence of ultraviolet radiation with 254 nm wavelength has been analysed on spider silk fibers with two degrees of molecular alignment: forcibly silked (FS) and maximum supercontracted (MS). It has been found that exposure to ultraviolet radiation decreases the tensile strength and the deformation at breaking of the fibers, but it leaves unchanged the overall aspect of the stress-strain curve. UV radiation has been used to induce local damage in the fibers in order to perform a systematic fractographic analysis. Fracture surfaces are basically flat, although some rough features are observed in samples exposed less than 4 hours to UV radiation. The details of the fracture surfaces correlate well with the microstructure of spider silk as observed with an atomic force microscope.

ÁREAS TEMÁTICAS PROPUESTAS: Biomateriales y Biomecánica

PALABRAS CLAVE: Seda de araña, fractografía, microestructura

1. INTRODUCCIÓN

La evolución de las sedas de araña a lo largo de más de 400 millones de años ha dado como resultado una familia de fibras con un amplio rango de propiedades y aplicaciones [1]. Entre todas las sedas que puede producir una araña destaca especialmente la de la glándula ampollácea mayor o seda MAS. Esta seda se emplea en la construcción de la estructura de la tela de araña y como hilo de seguridad que mantiene a la araña unida a la superficie sobre la que se desplaza. El cumplimiento de ambas funciones depende de la excepcional capacidad para absorber y disipar energía mecánica que muestra el hilo MAS [2,3].

Pese a sus excepcionales propiedades mecánicas existen indicios, tales como su bajo módulo de Weibull [4], que sugieren que la seda de araña puede ser un material extremadamente sensible a la presencia de defectos. Dicha sensibilidad no es demasiado problemática en el material natural debido a su pequeño diámetro del orden de 3 μm , pero puede representar un problema esencial de las fibras artificiales inspiradas en la seda de araña [5].

Las propias características de la seda de araña hacen que la realización de un análisis fractográfico detallado resulte extremadamente complicada. La pequeña sección transversal de los hilos, unido a la gran cantidad de energía mecánica que pueden almacenar hace prácticamente imposible recuperar las superficies de fractura obtenidas a partir de un ensayo de tracción hasta rotura. Como consecuencia de estas dificultades el número de trabajos dedicados al comportamiento a fractura de la seda es muy reducido [6], no habiendo sido posible en ningún caso disponer simultáneamente de la superficie de fractura y de la correspondiente curva tensión-deformación.

De acuerdo con la discusión previa, el desarrollo de un procedimiento que permita la recuperación de las superficies de fractura tras el ensayo es una condición previa al análisis fractográfico de la seda. Dicha recuperación es en principio posible si se identifica con precisión la región de la fibra por donde se va a producir la rotura. En ese caso es posible marcar mediante algún adhesivo la fibra a ambos lados de dicha región y recuperar ambos fragmentos de hilo con las superficies de fractura tras el ensayo. Desgraciadamente, la pequeña sección transversal de la seda hace imposible el empleo de las técnicas usuales

de daño mecánico, esto es, la introducción de entallas en el material.

En este contexto, el empleo de la luz ultravioleta ofrece la posibilidad de introducir un daño localizado en el material. La influencia de la luz ultravioleta en la degradación de las propiedades de la seda de gusano es un fenómeno bien conocido [7]. Dicha degradación se ha relacionado habitualmente con la reducción en el peso molecular de las proteínas que componen la seda.

El objetivo de este trabajo ha sido la caracterización de la influencia que la radiación ultravioleta ejerce sobre las propiedades mecánicas de la araña. Los resultados obtenidos han permitido la realización del primer análisis fractográfico de la seda de araña en el que se combinan fractografías con las curvas tensión-deformación de las fibras hasta rotura. Los resultados sugieren que la seda de araña es un material extremadamente sensible a defectos.

2. PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL

La seda de araña utilizada en este estudio se extrajo mediante la técnica de hilado forzoso de un individuo de la especie *Argiope trifasciata* (*Argiopidae*). El procedimiento de hilado forzoso ha sido descrito en detalle con anterioridad [8]. Brevemente, la araña se inmoviliza en una bolsa de plástico que se fija con alfileres sobre una superficie de poliuretano expandido. La bolsa se perfora para permitir el acceso a las hilanderas, de las que se obtiene el primer tramo de seda. La seda se fija sobre un cilindro y la extracción se consigue mediante un movimiento de rotación del cilindro combinado con un movimiento de traslación a lo largo de su eje. Con este procedimiento se ha extraído seda a una velocidad de 2 cm/s. Este procedimiento permite obtener en un solo proceso de hilado hasta 6 metros de hilo de propiedades reproducibles, lo que permite identificar el efecto de la irradiación UV mediante la comparación de los resultados obtenidos a partir de muestras irradiadas y de muestras control sin irradiar.

Para determinar la influencia del alineamiento molecular en los resultados también se han irradiado muestras previamente supercontraídas. La supercontracción [9] se caracteriza por una disminución de más del 50 % de la longitud inicial de fibras de seda de araña sumergidas en agua con al menos un extremo libre. Además, dicha reducción va acompañada por un cambio del comportamiento mecánico de las fibras, que pasa a ser típico de un elastómero [10]. Se ha encontrado que dicho comportamiento está relacionado con un cambio conformacional de las proteínas de la seda que pasan de un estado de *máximo estiramiento* en los hilos obtenidos mediante hilado forzoso (FS) a otro de máximo enrollamiento, denominado de máxima supercontracción (MS) [11].

Antes de proceder a su irradiación y posterior ensayo, los hilos de seda se montan sobre bastidores de cartón perforados. La longitud base utilizada ha sido $L_0 = 20$ mm. La irradiación se ha realizado con una lámpara ultravioleta Vilver Lourmat 215 LC de 15 W a una longitud de onda de $\lambda = 254$ nm. La distancia entre la lámpara y los hilos fue de 35 mm.

Las curvas fuerza-desplazamiento de las probetas control e irradiadas se obtuvieron a partir de ensayos de tracción en una máquina Instron 4411 a una velocidad de deformación de 0.0002 s^{-1} . La fuerza sobre el hilo se midió con una balanza AND 1200 G (resolución ± 10 mg). Como medida del desplazamiento se utilizó el desplazamiento del bastidor de la máquina, ya que se ha estimado que la flexibilidad del hilo es unas 1000 veces mayor que la del resto del dispositivo [12].

Aproximadamente la mitad de las superficies de fractura de las muestra ensayadas pudo ser recuperada. Las muestras fueron metalizadas con Au y observadas en un microscopio electrónico de barrido JEOL 6300 para medir la sección transversal del hilo (condiciones de observación: $V = 10$ kV, $I = 0.6$ nA).

Las curvas fuerza-desplazamiento se convirtieron en curvas tensión verdadera-deformación verdadera mediante el uso de las correspondientes secciones transversales y bajo la condición de que el volumen de las fibras se mantiene constante durante el ensayo [13].

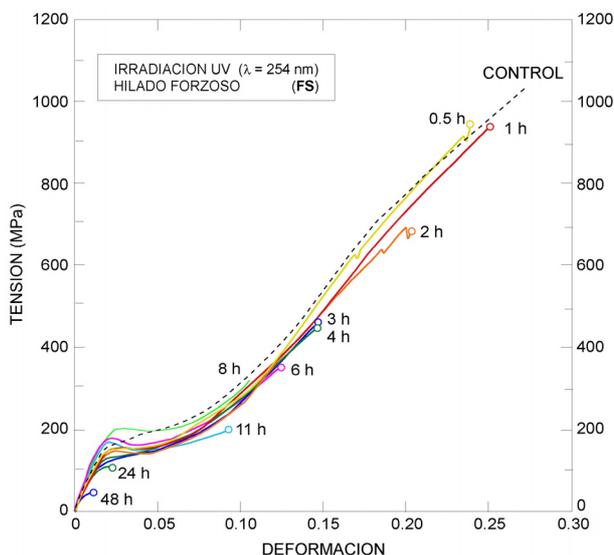


Figura 1. Curvas tensión verdadera-deformación verdadera de hilos FS sometidos a irradiación con luz ultravioleta a diferentes tiempos.

3. RESULTADOS Y DISCUSIÓN

3.1. Ensayos de tracción.

La Figura 1 muestra el efecto de la irradiación con luz ultravioleta sobre las propiedades mecánicas de hilos obtenidos mediante hilado forzoso (FS). Se observa cómo se produce una disminución de la tensión de rotura y de la deformación de rotura, sin que varíe el aspecto general de la curva.

Un efecto similar caracterizado por una disminución de la tensión y de la deformación a rotura, sin apreciarse alteraciones importantes en el aspecto general de la curva se observa también en la evolución de muestras sometidas a máxima supercontracción e irradiadas a tiempos variables (Figura 2).

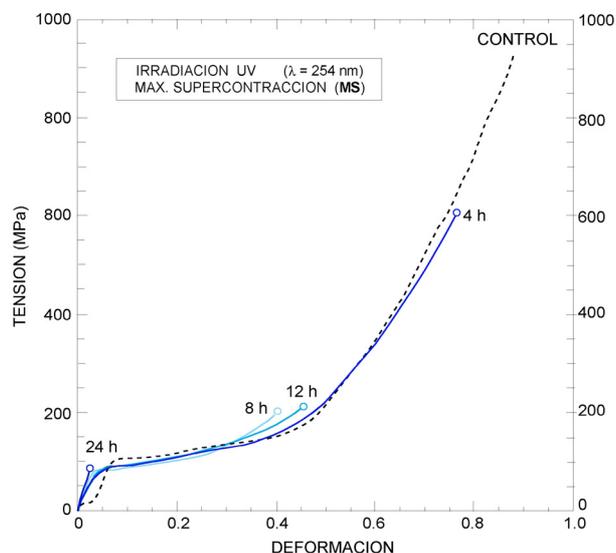


Figura 2. Curvas tensión verdadera-deformación verdadera de hilos MS sometidos a irradiación con luz ultravioleta a diferentes tiempos.

La Figura 3 compara las tensiones de rotura verdaderas de los hilos tanto FS como MS sometidos a irradiación. La distribución de las tensiones de rotura para ambos tipos de hilos sugiere que en ambos casos en mecanismo de rotura puede ser similar, siendo independiente del grado de alineamiento molecular inicial.

Es importante señalar la importancia del uso de las tensiones verdaderas, ya que la tensión ingenieril da lugar a falsas discrepancias debido a la diferencia de sección transversal inicial. En efecto, se ha demostrado que el proceso de supercontracción mantiene el volumen constante [14], por lo que si se supone una disminución de la longitud del hilo FS del 50% al pasar a hilo MS, la sección transversal del hilo MS será el doble que la correspondiente sección transversal del hilo FS.

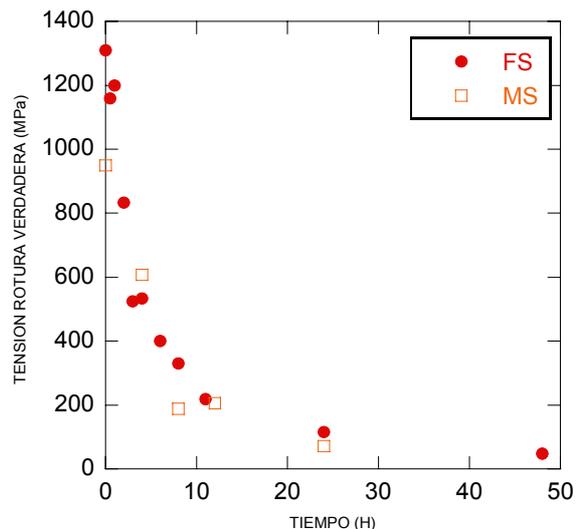


Figura 3. Comparación de la tensión de rotura verdadera de muestras FS y MS sometidas a diferentes tiempos de irradiación UV.

El mecanismo generalmente aceptado por el que la radiación ultravioleta induce la disminución en la tensión de rotura de las fibras supone la rotura de enlaces covalentes en las proteínas [7]. Sin embargo, los autores han encontrado a lo largo de la realización del presente estudio que las fibras irradiadas con luz UV incluso durante los periodos más cortos resultan insolubles, tanto en los disolventes usuales de la seda de araña (hexaisofluoropropanol [15] y LiBr 9 M a 60 °C [16]), como en otros tampones usuales en la disolución de proteínas (PBS y urea). A partir de estos resultados se ha concluido que el efecto de la irradiación con luz UV de 254 nm de longitud de onda debe ser la formación de entrecruzamientos entre las diferentes proteínas de la seda.

En cualquier caso, tanto la rotura de enlaces covalentes como la creación de entrecruzamientos induciría la modificación del peso molecular de las proteínas. Dicha modificación suele ir acompañada de una modificación del aspecto general de las curvas tensión-deformación en otros polímeros [17]. Consecuentemente, resulta intrigante que pese a la reducción observada en la tensión y en la deformación a rotura, no se vean alteradas el resto de las características de la curva. Se puede sugerir que el elevado peso molecular de las proteínas de la seda hace que un pequeño número de entrecruzamientos pueda resultar suficiente para unir de manera covalente toda la fibra.

3.2. Análisis fractográfico.

La introducción local de daño que se manifiesta en la reducción de la tensión de rotura y de la deformación a rotura sin que se modifique el aspecto general de la curva permite que la irradiación UV pueda aprovecharse para realizar un análisis fractográfico sistemático de la seda de araña (Figura 4).

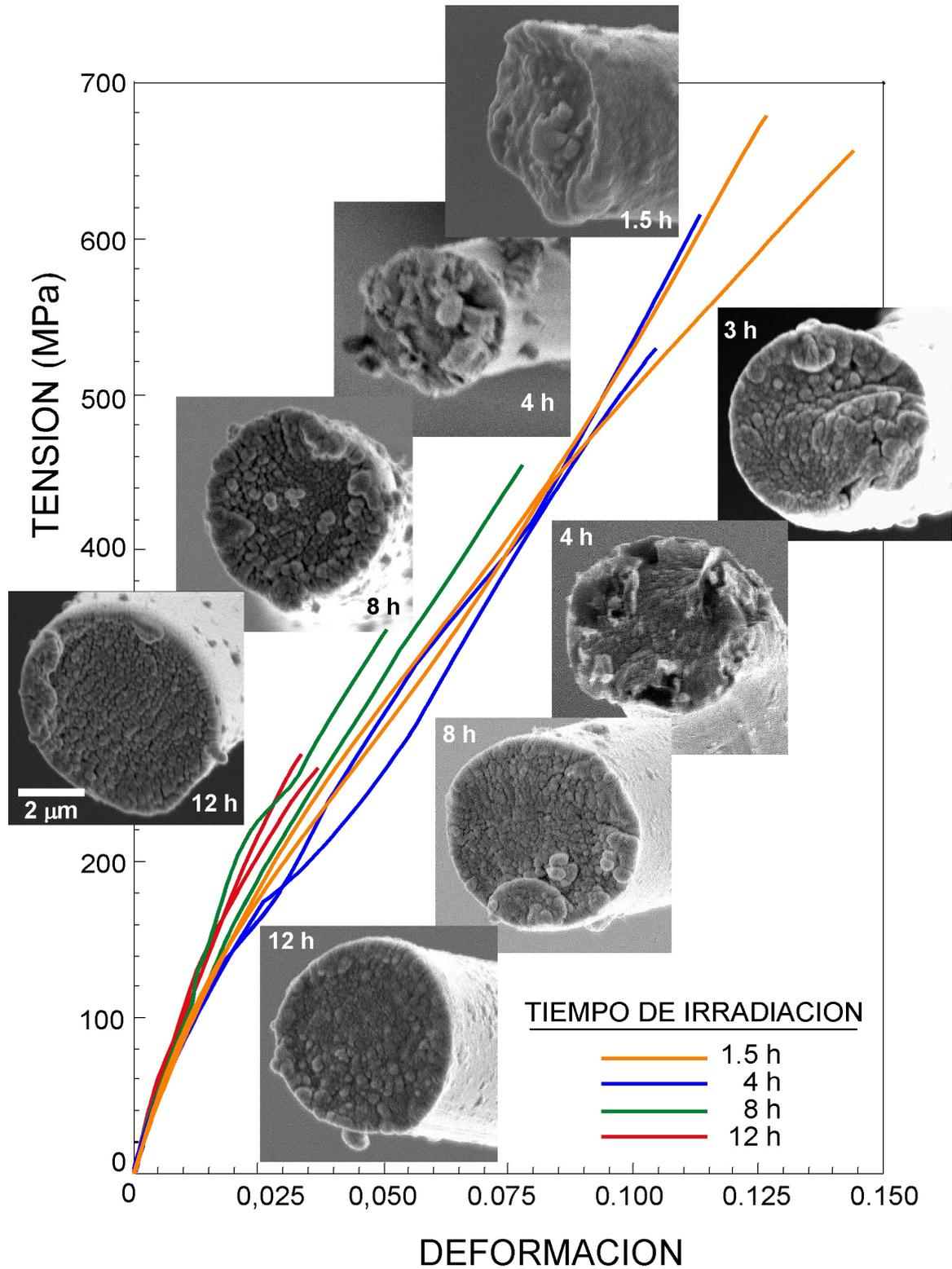


Figura 4. Superficies de fractura y curvas tensión verdadera-deformación verdadera obtenidas a partir de ensayos de tracción sobre fibras FS sometidas a diferentes tiempos de irradiación. Todas las imágenes están tomadas a los mismos aumentos.

De acuerdo con la discusión previa, todas las curvas representadas en la Figura 4 muestran un aspecto general similar, si bien la tensión de rotura y la deformación de rotura disminuyen al aumentar el tiempo de irradiación. Pese a esta similitud de las curvas se observa un cambio en el aspecto de las superficies de fractura.

Las superficies de fractura de las fibras irradiadas un tiempo inferior a 4 horas muestran abundantes irregularidades, con motivos que sobresalen del plano medio de la superficie de fractura. A diferencia de este comportamiento, las muestras irradiadas por encima de 4 horas presentan una superficie de fractura esencialmente plana. En estas muestras se aprecia claramente que la superficie de fractura está formada por una agrupación de pequeño glóbulos.

Resulta significativo que en ningún caso se observa ningún detalle que se pueda relacionar con la presencia de nanofibrillas en la microestructura de la seda. Precisamente para comprobar la consistencia de las superficies de fractura encontradas con la microestructura de la seda se ha realizado un análisis mediante microscopía de fuerzas atómicas de secciones transversales de hilos FS.

3.3. Análisis microestructural.

Con objeto de comprobar la consistencia de los resultados obtenidos en el análisis fractográfico se ha realizado un estudio mediante microscopía de fuerzas atómicas (AFM) sobre cortes transversales de fibras obtenidas mediante hilado forzoso. Las características microestructurales esenciales se presentan en la Figura 5.

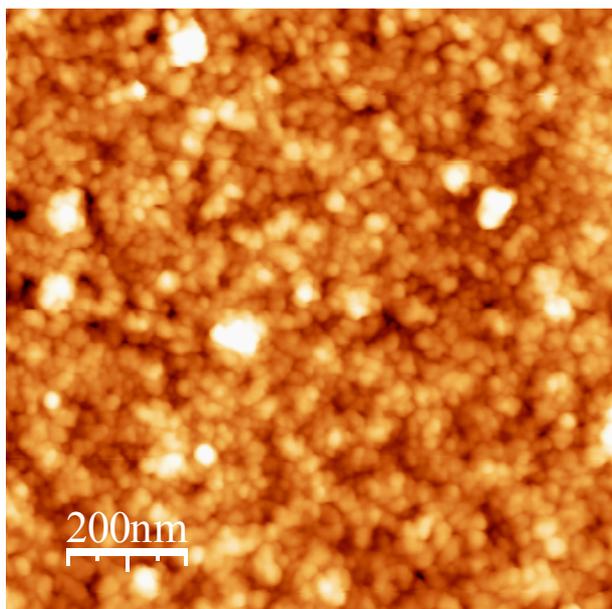


Figura 5. Imagen de microscopía de fuerzas atómicas de un corte transversal en un hilo obtenido mediante hilado forzoso.

En la Figura 5 se observa una microestructura globular que es consistente con los detalles que se observan en las superficies de fractura, especialmente en las muestras irradiadas 8 horas y 12 horas. A partir de las fractografías se ha estimado que el tamaño de los glóbulos es inferior a 100 nm. Este resultado es coherente con el tamaño medio de los glóbulos medido mediante AFM, habiéndose encontrado un valor de 30 nm.

4. CONCLUSIONES

El principal efecto de la luz ultravioleta tanto sobre las muestras FS como MS es la disminución de la tensión de rotura y de la deformación de rotura, sin alterar el aspecto general de la curva.

El empleo de tensiones verdaderas en lugar de ingenieriles ha permitido comprobar que la rotura de fibras FS y MS se produce para tensiones similares, indicando que el mecanismo de daño es independiente del estado inicial de alineamiento de las probetas.

Se ha aprovechado el efecto de la radiación ultravioleta sobre la seda de araña para introducir daño local controlado en fibras de seda. Mediante el empleo de esta técnica se han podido recuperar por primera vez superficies de fractura de hilos de seda de los que se conoce su curva tensión-deformación hasta rotura.

El análisis fractográfico muestra un cambio en las características de las superficies de fractura dependiente del tiempo de irradiación. Muestras irradiadas por debajo de 4 horas muestran una superficie de fractura relativamente irregular. Muestras irradiadas a partir de 8 horas presentan una superficie de fractura plana con un aspecto granular. Dicha superficie de fractura es compatible con la microestructura de la seda de araña observada mediante microscopía de fuerzas atómicas. En ningún caso se han observado detalles compatibles con una estructura nanofibrilar de la seda de araña.

AGRADECIMIENTOS

Los autores desean agradecer a José Miguel Martínez por su ayuda en la realización de las figuras. Los ejemplares de *A. trifasciata* han sido cuidados por Oscar Campos e Iván Blanco (ReptilMadrid, Madrid). Este trabajo está financiado por el Ministerio de Ciencia y Tecnología a través del Proyecto MAT 2003-04906 y por la Comunidad de Madrid a través del Proyecto GR/MAT/0038/2004.

REFERENCIAS

- [1] Vollrath, F., "Telas y sedas de araña", *Investigación y Ciencia*, Mayo 1992, 52-59.
- [2] Kaplan, D.L., Lombardi, S.J., Muller, W.S y Fossey, S.A., "Silks" en *Biomaterials*, Byrom, D. (Ed.), Stockton Press, New York, pp. 1-53 (1991).

- [3] Elices, M., Pérez-Rigueiro, J., Plaza, G. and Guinea, G.V. (2004). "Recovery in spider silk fibers". *J. Appl. Polym. Sci.* **92**, 3537-3541.
- [4] Pérez-Rigueiro, J., Elices, M., Llorca, J. and Viney, C. (2001). "Tensile properties of *Argiope trifasciata* drag line silk obtained from the spider's web". *J. Appl. Polym. Sci.* **82**, 2245-2251.
- [5] Lazaris, A., Arcidiacono, S., Huang, Y., Zhou, J.-F., Duguay, F., Chretien, N., Welsh, E.A., Soares, J.W. y Karatzas, C.N., "Spider silk fibers spun from soluble recombinant silk produced in mammalian cells", *Science*, 295, 472-476 (2002).
- [6] Poza, P., Pérez-Rigueiro, J., Elices, M., Llorca, J., "Fractographic analysis of silkworm and spider silk", *Eng. Frac. Mech.*, **69**, 1035-1048 (2002).
- [7] Becker, M.A. y Tuross, N., "Initial degradative changes found in *B. mori* silk fibroin" en "Silk Polymers. Materials Science and Biotechnology" Kaplan, D., Adams, W.W., Farmer, B., Viney, C. (Eds.), ACS Symposium Series 544, pp. 253-269 (1994).
- [8] Guinea, G.V., Elices, M. Real, J.I., Gutiérrez, S. y Pérez-Rigueiro, J., "Reproducibility of the tensile properties of spider (*Argiope trifasciata*) silk obtained by forced silking", *J. Exp. Zool.*, **303A**, 37-44 (2005).
- [9] Work, R.W., "Dimensions, birefringences, and force-elongation behaviour of major and minor ampullate silk fibers from orb-web-spinning spiders. The effect of wetting on these properties", *Textile Res. J.*, **47**, 650-662 (1977).
- [10] Gosline, J.M., Denny, M. y DeMont, M.E., "Spider silk as rubber", *Nature*, **309**, 551-552 (1984).
- [11] Guinea, G.V., Elices, M., Pérez-Rigueiro, J., Plaza, G.R., "Stretching of supercontracted fibers: a link between spinning and the variability of spider silk", *J. Exp. Biol.*, **208**, 25-30 (2005).
- [12] Pérez-Rigueiro, J., Viney, C., Llorca, J., Elices, M., "Silkworm silk as an engineering material", *J. Appl. Polym. Sci.*, **70**, 2439-2447 (1998).
- [13] Guinea, G.V., Pérez-Rigueiro, J., Plaza, G.R. y Elices, M., "Volume constancy during stretching of spider silk", *Macromolecules*, enviado para su publicación.
- [14] Pérez-Rigueiro, J., Elices, M. y Guinea, G.V., "Controlled supercontraction tailors the tensile properties of spider silk", *Polymer*, **44**, 3733-3736 (2003).
- [15] Jelinski, L.W., Blye, A., Liivak, O., Michal, C., LaVerde, G., Seidel, A., Shah, N. y Yang, Z., "Orientation, structure, wet-spinning, and molecular basis for supercontraction of spider dragline silk", *Int. J. Biol. Macromol.*, **24**, 197-201 (1999).
- [16] Monti, P., Freddi, G., Bertoluzza, A., Kasai, N. y Tsukada, M., "Raman spectroscopic studies of silk fibroin from *Bombyx Mori*", *J. Raman Spectroscopy*, **29**, 297-304 (1998).
- [17] Termonia, Y., "Molecular modeling of the stress/strain behaviour of spider dragline", en "Structural Biological Materials", Elices, M. (ed.), Pergamon Press, Amsterdam, pp.335-349 (2000).

SIMULACIÓN COMPUTACIONAL DE INTERFACES ÓSEAS

P. Moreo, M. A. Pérez, J. M. García-Aznar, M. Doblaré

Grupo de Estructuras y Modelado de Materiales (GEMM), Instituto de Investigación en Ingeniería de Aragón (I3A).
Campus Río Ebro. Ed. Agustín de Betancourt, Universidad de Zaragoza, c/ María de Luna s/n, 50005-Zaragoza, España.
E-mail: {pmoreo,angeles,jmgaraz,mdoblaré}@unizar.es
Tfno: 976 76 10 00 Ext. 5187. Fax: 978 76 25 78

RESUMEN

El objetivo de este trabajo es el desarrollo de un modelo que permita la simulación desde una perspectiva macroscópica de dos de los procesos característicos que tienen lugar en interfaces vivas de implantes óseos: aflojamiento (daño) y unión (osteointegración). Este modelo reproduce el comportamiento mecánico de la interfaz, consistente en una ley de comportamiento inicialmente lineal hasta un valor máximo de resistencia, seguido de un ablandamiento exponencial. El modelo se basa en una extensión de la Mecánica del Daño Continuo, de modo que el estado mecánico de la interfaz queda determinado a partir de una variable interna escalar, α , que denominamos grado de unión. Esta formulación ha sido aplicada a la simulación del proceso de osteointegración en una prótesis de cadera no cementada Zweymüller, obteniéndose resultados similares a lo observado en la práctica clínica. Además, se ha realizado un análisis de sensibilidad, estudiando la influencia de la actividad del paciente, el acabado superficial de la prótesis y las propiedades mecánicas de la interfaz.

ABSTRACT

The main purpose of this work is to develop a computational model for living interfaces in bone implants. The model is able to reproduce the evolutive behaviour of bony interfaces: deterioration and bone ingrowth. We have assumed for a completely osseointegrated interface an initial linear behaviour followed by an exponential decay. We state that the evolution of the internal variables that account for the interface bond state may be formulated following the principles of Continuum Damage Mechanics with a special feature: contrary to standard damage mechanics, the variation of the internal variable may be negative to allow for the interface to osseointegrate. Within the present study, same geometry femoral components of total hip non-cemented arthroplasties composed of three different materials have been analyzed by means of 3D computational finite element analysis (FEA). Change of bone ingrowth pattern depending on the stem stiffness has been studied, obtaining similar results to the clinical practise. Moreover, a sensitivity analysis has been performed studying the influence of patient activity, stem surface finish and mechanical properties of the interface.

ÁREAS TEMÁTICAS PROPUESTAS: Biomateriales o Biomecánica

PALABRAS CLAVE: Osteointegración, Interfaces Óseas, Mecánica del Daño.

1. INTRODUCCIÓN

A pesar de la elevada tasa de éxito, todavía se encuentran en la práctica clínica bastantes casos de fallos de implantes óseos. Existen discrepancias acerca de los factores que determinan el fallo del implante, diferenciándose habitualmente entre factores biológicos, como infecciones debidas a la presencia de partículas mecánicas originadas por desgaste (osteolisis), y factores mecánicos, donde no sólo se tiene en cuenta la carga estática soportada por la interfaz, sino también el efecto de fatiga. En las prótesis de cadera no cementadas, la interfaz hueso-prótesis es una de las regiones vulnerables que más afectan a la vida de la fijación. En este trabajo se va a proponer un modelo que permita la simulación acoplada de los procesos de daño y osteointegración que tienen lugar en la interfaz hueso-prótesis.

2. MATERIAL Y MÉTODOS

El comportamiento mecánico de la interfaz se basa en la Mecánica del Daño Continuo. La simulación de la interfaz en un modelo de elementos finitos se realiza mediante la incorporación de una capa delgada de elementos que une las dos superficies, cuyo comportamiento se establece en función de los esfuerzos y desplazamientos relativos entre las caras opuestas de la interfaz. En cada elemento se define un sistema de referencia local considerando el eje X como la dirección normal a la interfaz y los ejes Y y Z como direcciones tangenciales. Sin embargo, dado que las interfaces presentan el mismo comportamiento en cualquier dirección tangencial, se puede trabajar directamente en función de las componentes normal y tangencial de las tensiones y los desplazamientos relativos de la interfaz, considerando el eje 1 como dirección normal y el 2 como tangencial.

Siguiendo estudios experimentales [1], hemos supuesto un comportamiento mecánico de la interfaz

osteointegrada inicialmente lineal, seguido de un ablandamiento exponencial (ver Figuras 1 y 2). Por lo tanto, se define la relación constitutiva entre los esfuerzos t_i y los desplazamientos relativos en la interfaz δ_i en cada dirección i como:

$$t_i = \begin{cases} K_{0i} \delta_i & \text{si } \delta_i \leq \delta_{0i} \\ A_i e^{B_i \delta_i} + C_i & \text{si } \delta_{0i} < \delta_i < \delta_{ci} \\ 0 & \text{si } \delta_i \geq \delta_{ci} \end{cases} \quad i=1,2 \quad (1)$$

donde K_{0i} representa la rigidez lineal máxima, δ_{0i} el máximo desplazamiento relativo en la zona lineal y $A_i > 0$, $B_i > 0$ y $C_i > 0$ son constantes que dependen de las propiedades específicas de la interfaz completamente osteointegrada. Estos cuatro parámetros pueden definirse en términos de cuatro propiedades mecánicas: K_{0i} , δ_{ci} (máximo desplazamiento relativo), G_{ci} (energía crítica de fallo) y t_{0i} (resistencia de la interfaz).

En dirección tangencial el comportamiento es simétrico (Figura 2). Por el contrario, en dirección normal existe diferente comportamiento a tracción y compresión, puesto que a compresión la interfaz no se daña, manteniendo, por lo tanto, intacta su rigidez (Figura 1).

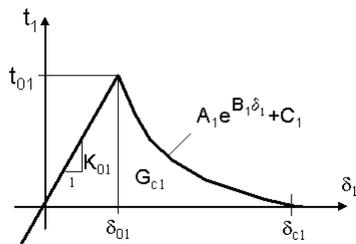


Figura 1. Modelo constitutivo: dirección normal.

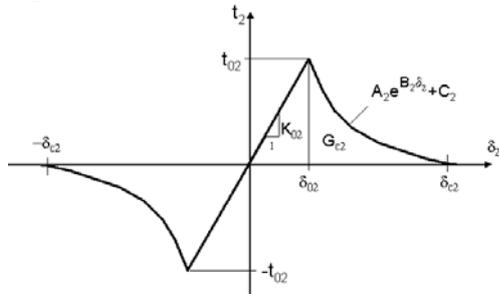


Figura 2. Modelo constitutivo: dirección tangencial.

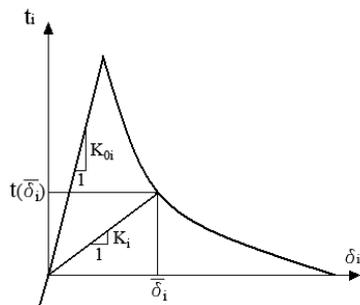


Figura 3. Variación de la rigidez.

El estado mecánico de la interfaz queda determinado mediante una variable interna en cada dirección i que denominamos grado de unión α_i . El grado de unión está

normalizado entre 0 y 1, correspondiendo $\alpha=0$ con una interfaz totalmente suelta y $\alpha=1$ con una interfaz completamente osteointegrada. Se define el grado de unión como

$$\alpha_i = \frac{K_i}{K_{0i}} \quad i=1,2 \quad (2)$$

donde K_i es la rigidez lineal inicial actual, que puede escribirse en función de $\bar{\delta}_i$ (ver Figura 3) como:

$$K_i = \frac{t_i(\bar{\delta}_i)}{\bar{\delta}_i} = \frac{A_i e^{B_i \bar{\delta}_i} + C_i}{\bar{\delta}_i} \quad i=1,2 \quad (3)$$

Introduciendo la ecuación (3) en la ecuación (2) se obtiene

$$\alpha_i = \frac{A_i e^{B_i \bar{\delta}_i} + C_i}{\bar{\delta}_i} \frac{\delta_{0i}}{A_i e^{B_i \delta_{0i}} + C_i} \quad i=1,2 \quad (4)$$

Y haciendo uso de las funciones

$$\bar{\gamma}_1 = \frac{\langle \bar{\delta}_1 \rangle}{\delta_{01}} - 1 \quad (5)$$

$$\bar{\gamma}_2 = \frac{|\bar{\delta}_2|}{\delta_{02}} - 1$$

que tienen en cuenta el diferente comportamiento en dirección normal y tangencial, se llega finalmente a la siguiente expresión para el nivel de unión:

$$\alpha_i = \max \left\{ 0, \frac{1}{1 + \bar{\gamma}_i} - \frac{1 - e^{-\bar{\gamma}_i B_i \delta_{0i}}}{1 + \bar{\gamma}_i} \left(1 - \frac{C_i}{t_{0i}} \right) \right\} \quad i=1,2 \quad (6)$$

Hasta ahora se han definido dos grados de unión direccionales independientes α_i . Sin embargo, en este trabajo se considera que los procesos de carga en una determinada dirección influyen en las propiedades de la interfaz en ambas direcciones. En consecuencia, proponemos un único nivel de unión global α que se obtiene a partir de los grados de unión direccionales α_i anteriormente definidos. Se propone un criterio sencillo consistente en identificar el grado de unión global con el mínimo de los grados de unión direccionales:

$$\alpha = \min_i \alpha_i \quad (7)$$

A continuación se define la energía libre de la interfaz en función de los desplazamientos relativos $\delta = (\delta_1, \delta_2)$ y el grado de unión $\alpha = (\alpha, \alpha)$ como:

$$\psi(\delta, \alpha) = \frac{1}{2} [\mathbf{I} - (1 - \alpha)\mathbf{C}] \mathbf{K} \delta \cdot \delta \quad (8)$$

donde $\mathbf{K} = \text{diag}[K_{0i}]$, \mathbf{I} es la matriz identidad y la matriz \mathbf{C} se define como

$$\mathbf{C} = \begin{bmatrix} h(\delta_1) & 0 \\ 0 & 1 \end{bmatrix} \quad (9)$$

Diferenciando ψ se obtiene la relación entre las variables termodinámicamente asociadas al desplazamiento relativo δ y al grado de unión α :

$$\mathbf{t} = d_{\delta}\psi = [\mathbf{I} - (1 - \alpha)\mathbf{C}]\mathbf{K}\delta$$

$$\mathbf{Y} = d_{\alpha}\psi = \begin{bmatrix} \frac{1}{2}h(\delta_1)K_{01}\delta_1^2 \\ \frac{1}{2}K_{02}\delta_2^2 \end{bmatrix} \quad (10)$$

De un modo análogo a la teoría de la Plasticidad, escogemos a la variable \mathbf{Y} como estímulo que controla la evolución de la variable interna α . Es preciso establecer el criterio de daño/osteointegración, es decir, el dominio del estímulo \mathbf{Y} para el cual el grado de unión α permanece constante, tanto para daño ($\dot{\alpha} < 0$), como para osteointegración ($\dot{\alpha} > 0$). Se proponen los siguientes criterios:

$$g_i^{ost} = Y_i^{ost} - Y_i < 0 \quad i = 1, 2$$

$$g_i^{daño} = \frac{Y_i}{G_{ci}} - \omega_{ci} < 0 \quad i = 1, 2 \quad (11)$$

El criterio de osteointegración escogido es equivalente a afirmar que la osteointegración sólo tiene lugar cuando el valor del desplazamiento relativo δ_i en la interfaz permanece por debajo de un umbral δ_i^{ost} , donde

$$\delta_i^{ost} = \sqrt{\frac{2Y_i^{ost}}{K_{0i}}} \quad i = 1, 2 \quad (12)$$

En este trabajo se ha utilizado un valor conservador de 30 μm y, a partir de él se ha calculado Y_i^{ost} .

El criterio de daño depende de un valor umbral adimensional ω_{ci} , que se define de modo que se reproduzca el comportamiento observado en las Figuras 1 y 2:

$$\begin{cases} \omega_{ci} = \bar{\omega}_i & \text{si } \alpha_i = 0 \\ l(\omega_{ci}) = 0 & \text{si } 0 < \alpha_i < 1 \\ \omega_{ci} = \frac{G_{0i}}{G_{ci}} & \text{si } \alpha_i = 1 \end{cases} \quad i = 1, 2 \quad (13)$$

donde la función $\bar{\omega}_i$ se define como

$$\bar{\omega}_i = \frac{Y_i(\bar{\delta}_i)}{G_{ci}} \quad i = 1, 2 \quad (14)$$

y la función l_i queda definida como

$$l_i(\omega_{ci}) = \alpha_i - \frac{\frac{C_i}{t_{0i}} + \left(1 - \frac{C_i}{t_{0i}}\right) e^{B_i \delta_{0i} \sqrt{\omega_{ci} \frac{G_{ci}}{G_{0i}} - 1}}}{\sqrt{\omega_{ci} \frac{G_{ci}}{G_{0i}}}} \quad i = 1, 2 \quad (15)$$

siendo G_{0i} el área bajo el primer tramo lineal de la curva esfuerzo/desplazamiento relativo:

$$G_{0i} = \frac{1}{2} K_{0i} \delta_{0i}^2 \quad i = 1, 2 \quad (16)$$

En el caso de que se produzca daño en la interfaz, éste será instantáneo y la evolución del grado de unión se podrá calcular a partir de la ecuación (6). Sin embargo, en el caso de osteointegración se ha de proponer una ley que establezca la evolución de α_i en función del tiempo. En este trabajo se propone que la velocidad de

osteointegración es proporcional a la diferencia entre el desplazamiento relativo en la interfaz y δ_i^{ost} :

$$\dot{\alpha}_i = v(\delta_i^{ost} - \delta_i) \quad i = 1, 2 \quad (17)$$

donde v se estimó ajustando la velocidad de nuestra ley a los resultados de Büchler et al. [2], obteniéndose un valor de $v = 5.625$ (días·mm)⁻¹.

Además, el modelo incorpora el proceso de daño de la interfaz bajo de cargas de fatiga utilizando la siguiente ley de Miner:

$$\dot{\alpha}_i^{cic}(t_i) = \frac{\partial \alpha_i}{\partial n}(t_i) = -\frac{1}{N_i^F(t_i)} \quad i = 1, 2 \quad (18)$$

donde N_i^F es la vida a fatiga de la interfaz para un determinado nivel de tensión en dirección normal y tangencial, que se ha obtenido a partir de ensayos experimentales [3]:

$$N_i^F = B \left(\frac{t_i}{t_{0i}} \right)^C \quad i = 1, 2 \quad (19)$$

donde B y C valen 12.58 y -13.43, respectivamente [3].

Finalmente, se ha incluido un modelo de fricción en el que el coeficiente de fricción μ depende del grado de unión:

$$\begin{cases} \alpha < \alpha_0 \Rightarrow \mu = \mu_0(1 - \alpha/\alpha_0) \\ \alpha \geq \alpha_0 \Rightarrow \mu = 0 \end{cases} \quad (20)$$

donde μ_0 es el coeficiente de rozamiento correspondiente al acabado superficial de la prótesis y α_0 es un valor umbral. De este modo, cuando la osteointegración es alta ($\alpha > \alpha_0$), las cargas se transmiten completamente a través de la interfaz. Por el contrario, si la interfaz está débilmente osteointegrada ($\alpha < \alpha_0$), μ aumenta linealmente hasta alcanzar el valor μ_0 cuando la interfaz se encuentra totalmente suelta.

3. SIMULACIÓN DE LA OSTEointegración EN UNA PRÓTESIS DE CADERA NO CEMENTADA

3.1 Modelo de elementos finitos

El modelo propuesto se aplicó a la simulación del proceso de osteointegración de una prótesis de cadera no cementada Zweymüller (Sulzer Orthopedics Inc.). Se realizó un modelo tridimensional de elementos finitos de un fémur sano y de la prótesis que contaba con 4864 nodos y 5712 elementos (ver Figura 4, parte inferior izquierda). Se incluyeron 527 elementos interfaz entre el hueso y la prótesis. Además, se utilizó un modelo de contacto entre el hueso y la prótesis, para evitar la interpenetración en zonas de fuerte compresión. El modelo de elementos finitos fue realizado mediante el programa de CAD I-DEAS 9 y el análisis mediante ABAQUS 6.5.

Las propiedades mecánicas del hueso se obtuvieron

mediante el modelo de remodelación ósea propuesto por Doblaré y García [4]. Inicialmente se asignó a todos los elementos propiedades mecánicas correspondientes a hueso isotrópico con densidad 0.5 g/cm³. Después se simuló el proceso de caminar durante 300 incrementos de análisis. Una vez obtenida la distribución ósea correspondiente a un hueso sano, se eliminó la parte superior del fémur y se incluyeron la prótesis, la interfaz y el modelo de contacto. En este momento se supuso que la interfaz estaba totalmente suelta ($\alpha = 0$) y se simuló un período de reposo de una semana, permitiendo así una osteointegración parcial de la prótesis. Entonces, se simularon 300 días de vida de un individuo, durante los cuales los estados de carga considerados fueron caminar, estar de pie, subir escaleras y reposo. La duración y frecuencia de estos estados de carga se tomó de las mediciones experimentales de Morlock et al. [5]. Se consideró únicamente la carga sobre la cabeza de la prótesis y la reacción sobre el trocánter mayor.

El modelo de interfaz propuesto depende de varios parámetros que se han estimado a partir de trabajos experimentales. Todos los valores utilizados de parámetros del modelo se incluyen en las Tablas 1 y 2, distinguiendo entre un valor de referencia y el intervalo de variación considerado en el análisis.

Parámetro		Ref	Rugoso	Pulido
t_{0i} (MPa)	Norm	1.87	2.69	1.20
	Tang	2.64	3.79	1.70
K_{0i} (N/mm)	Norm	26.71	32.02	21.38
	Tang	32.2	38.46	25.76
δ_{ci} (mm)	Norm	0.90	1.17	0.63
	Tang	1.39	1.81	0.97
G_{ci} (N/mm)	Norm	0.67	0.94	0.28
	Tang	1.54	2.30	0.60
μ		0.25	0.5	0.1

Tabla 1. Propiedades mecánicas de la interfaz [1].

Parámetro	Referencia	Análisis sensibilidad
δ^{ost} (μm)	30	20-60
B (ley fatiga)	12.58	10.7-13.9
C (ley fatiga)	-13.43	-12.7 a -14.3

Tabla 2. Otros parámetros del modelo.

De este modo se ha estudiado la influencia de diferentes factores:

- Material de la prótesis. Se consideraron tres materiales distintos para la prótesis, con módulos elásticos de 210, 84 y 48 GPa.

- La actividad del paciente se estudió variando el periodo de reposo (25% tiempo). Se consideraron dos esquemas de carga adicionales con mayor y menor reposo que el esquema de referencia.
- La influencia del acabado superficial se ha tenido en cuenta usando tres conjuntos de propiedades mecánicas (ver Tabla 1) correspondientes a un acabado medio, rugoso y pulido con un coeficiente de rozamiento μ distinto para cada caso.
- También se estudió la influencia de los parámetros de fatiga y del parámetro del criterio de osteointegración δ^{ost} (ver Tabla 2).

3.2. Resultados

La evolución del grado de unión con la prótesis más rígida ($E=210$ GPa) se muestra en la Figura 4. Tras la semana inicial de descanso (Día 1) la interfaz ha alcanzado un grado de osteointegración parcial, el cual es menor en los extremos distal y proximal. Tras 50 días de carga la interfaz está prácticamente unida salvo el extremo distal. Desde este momento el grado de unión no varía hasta el fin de la simulación (Día 300).

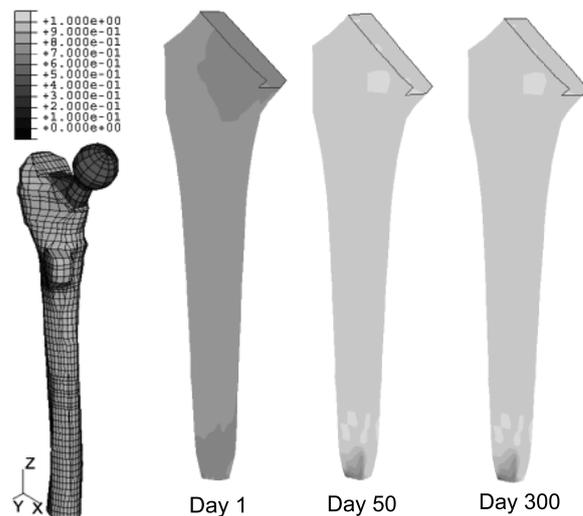


Figura 4. Evolución del grado de unión (α) con la prótesis más rígida ($E=210$ GPa)

Cuando se cambia el material de la prótesis aparecen diferencias importantes en el patrón de osteointegración (Figura 5). Con los tres materiales se alcanza un alto grado de unión en la mayor parte de la interfaz. Sin embargo, tanto el tamaño como la situación de las zonas sueltas dependen de la rigidez de la prótesis. Con la prótesis más flexible (Figura 5-(c)) aparece una extensa zona suelta en el extremo proximal. Con la prótesis de rigidez intermedia (Figura 5-(b)) las zonas sueltas se presentan en los extremos proximal y distal, aunque son de menor tamaño. Finalmente, con la prótesis más rígida (Figura 5-(a)) sólo una pequeña área en la parte distal aparece con bajo grado de unión.



Figura 5. Grado de unión (α) después de 300 días de carga: (a) E=210 GPa (b) E=84 GPa (c) E=48 GPa

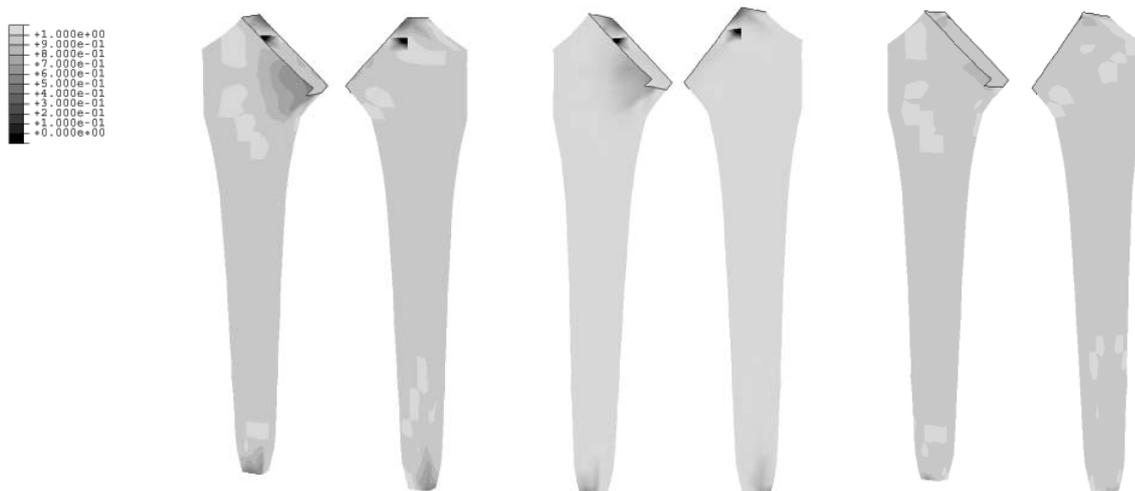


Figura 6. Grado de unión (α) después de 300 días de carga con prótesis de rigidez intermedia (E=84 GPa): (a) Acabado rugoso (b) Acabado de referencia (c) Acabado pulido

Los resultados obtenidos con una prótesis de rigidez intermedia en función del acabado superficial se presentan en la Figura 6. Las regiones con bajo grado de unión son las mismas en los tres casos: los extremos proximal y distal. Sin embargo, se observa que al aumentar la rugosidad de la superficie del vástago la osteointegración es menor en estas zonas, mientras que con el vástago más pulido la osteointegración se alcanza completamente en toda la superficie.

Al variar la actividad del paciente se observó que un incremento en el período de descanso implica una mejora en el grado de osteointegración. Además, se comprobó que el cambio en el grado de unión al variar la actividad del paciente es más marcado cuanto más flexible es la prótesis.

Se realizó un análisis de sensibilidad para el parámetro δ_i^{ost} , obteniéndose que, dentro del rango analizado, los resultados prácticamente no se vieron alterados.

Finalmente, se realizaron análisis con distintos valores de los parámetros de la ley de fatiga, obteniéndose igualmente que la influencia en los resultados es despreciable.

4. DISCUSIÓN

Aunque existen numerosos modelos computacionales que simulan el fallo progresivo de interfaces óseas, muy pocos simulan la osteointegración que tiene lugar en este tipo de interfaces. Muchos de ellos consideran que la interfaz se encuentra totalmente unida o suelta con fricción, lo que no es muy realista, puesto que tanto el fallo como la osteointegración son progresivos y además dependen de la morfología de la superficie. Existen, sin embargo, modelos que han conseguido cierto éxito simulando la diferenciación tisular en interfaces óseas [2], aunque no incorporan la influencia del acabado superficial del implante ni consideran cargas cíclicas.

Todo lo anterior justifica el desarrollo de modelos que sean capaces simular daño y osteointegración

progresivos. En este trabajo presentamos un nuevo modelo que simula este comportamiento evolutivo mediante una extensión de la Mecánica del Daño Continuo, que permite estudiar la influencia de varios factores mecánicos sobre implantes óseos. Este modelo se ha aplicado a la simulación de una artroplastia total de cadera con una prótesis no cementada.

En primer lugar hemos encontrado que la rigidez de la prótesis tiene un efecto importante en la distribución de las áreas de crecimiento de hueso. Con prótesis flexibles aparecen áreas sueltas de gran tamaño en la zona proximal, mientras que con prótesis rígidas se alcanza una osteointegración muy alta en casi toda la prótesis excepto en el extremo distal. Estos resultados coinciden con las observaciones experimentales de Buma et al. [6]. Ellos demostraron que las prótesis flexibles provocan condiciones iniciales desfavorables para la osteointegración. Además, la distribución de tensiones en la interfaz que obtuvieron coincide totalmente con el patrón de grado de unión obtenido en nuestras simulaciones. Sin embargo, es necesario tener en cuenta otros factores a la hora de evaluar la idoneidad de un modelo de prótesis. Por ejemplo, es bien sabido que prótesis muy rígidas generan reabsorción ósea en la zona proximal. Por lo tanto, prótesis de rigidez intermedia podrían ser una buena opción para minimizar los dos efectos.

Otra conclusión importante que se extrae de los resultados obtenidos es que el grado de unión y las propiedades mecánicas de la interfaz dependen del acabado superficial. En nuestro caso se ha obtenido que con prótesis más pulidas la osteointegración es mayor. Estos resultados se corresponden con estudios experimentales. Por ejemplo, Hacking et al. [7] obtuvieron que las zonas de aposición ósea eran mayores con vástagos más pulidos. Además, se sabe que prótesis rugosas tienen un tamaño de poro más grande y pueden ser inestables debido a que el hueso no es capaz de crecer completamente en poros profundos.

Una limitación importante del modelo reside en la carencia o inexactitud de algunos de sus parámetros. En la bibliografía apenas se encuentran valores de las propiedades mecánicas de la interfaz a tracción, por lo que se han estimado a partir de los valores a cizalladura y siguiendo lo obtenido para otras interfaces [1] (hueso-cemento). De hecho, a falta de datos se ha considerado que el comportamiento a fatiga de la interfaz hueso-implante es similar al de la interfaz cemento-hueso.

Otro parámetro que tampoco se conoce con exactitud es δ_i^{ost} , aunque se ha comprobado que, dentro del rango considerado, su influencia en los resultados es despreciable. La no inclusión de la influencia de las cargas cíclicas en el proceso de osteointegración supone otra limitación.

Por lo tanto, podemos concluir que el modelo propuesto

supone un avance importante en la simulación de interfaces vivas de implantes óseos, ya que permite la simulación de una manera acoplada del proceso de daño y osteointegración. Los resultados obtenidos coinciden con lo observado clínicamente. Sin embargo, el modelo posee ciertas limitaciones, asociadas fundamentalmente a la inexactitud en la determinación de algunos de sus parámetros.

AGRADECIMIENTOS

Los autores desean agradecer al programa de becas de Formación de Personal Investigador de la Diputación General de Aragón.

REFERENCIAS

- [1] Mann KA, Mocarski R, Damron LA, Allen MJ, Ayers DC. Mixed-mode failure response of the cement-bone interface. *Journal of Orthopaedic Research*, vol 19, pp 1153-61, 2001.
- [2] Büchler P, Pioletti DP, Rakotomanana LR. Biphasic constitutive laws for biological interface evolution. *Biomechanical Models in Mechanobiology*, vol 1, pp 239-49, 2003.
- [3] Kim DG, Millar MA, Mann KA. A fatigue damage model for the cement-bone interface. *Journal of Biomechanics*, vol 37, pp 1505-1512, 2004.
- [4] Doblare M, García JM. Anisotropic bone remodelling based on a continuum damage-repair theory. *Journal of Biomechanics*, vol 35, sup 1, pp 1-17, 2002.
- [5] Morlock M, Schneider E, Bluhm A, Vollmer M, Bergmann G, Müller V, Honl M. Duration and frequency of every day activities in total hip patients. *Journal of Biomechanics*, vol 34, pp 873-81, 2001.
- [6] Buma P, van Loon JM, Versleyen H, Weinans H, Slooff TJJH, de Groot K, Huiskes R. Histological and biomechanical analysis of bone and interface reactions around hydroxyapatite-coated intramedullary implants of different stiffness: a pilot study on the goat. *Biomaterials*, vol 18, pp 1251-60, 1997.
- [7] Hacking SA, Bobyn JD, Tanzer M, Krygier JJ. The osseous response to corundum blasted implant surfaces in a canine hip model. *Clin Orthop Relat Res*, vol 364, pp 240-53, 1999.

RESISTENCIA A LA FRACTURA DE POLIETILENOS ALTAMENTE RETICULADOS DE USO MÉDICO: EFECTO DE LA IRRADIACIÓN Y LOS TRATAMIENTOS TÉRMICOS

F. J. Medel¹, J. Cegoñino², R. Ríos¹, J.A. Puértolas¹

¹ Departamento de Ciencia de Materiales Campus Río Ebro. Ed. Torres Quevedo,
Universidad de Zaragoza, c/ María de Luna 3, 50018-Zaragoza, España.

E-mail: fjmedel@unizar.es

² MMCYTE, Dpto Ingeniería Mecánica. Campus Río Ebro. Ed. Agustín de Betancourt,
Universidad de Zaragoza, c/ María de Luna s/n, 50005-Zaragoza, España.

RESUMEN

El polietileno de ultra alto peso molecular (PEUAPM) altamente reticulado ha sido incorporado recientemente en las prótesis de cadera dada su alta resistencia al desgaste. La irradiación utilizada para reticular al PEUAPM también genera radicales libres, y se hace necesario un método que estabilice al polímero frente a la oxidación. Dos métodos diferentes de tratamiento térmico separan a la comunidad ortopédica como estrategias de estabilización, ya que podrían afectar a otras propiedades mecánicas, tales como la resistencia a la fractura o la resistencia a la fatiga. De hecho, ésta es la causa que ha impedido el uso de estos materiales en las prótesis de rodilla. En este marco, nuestro propósito fue evaluar los efectos de la irradiación y los tratamientos térmicos, refundido (150 °C) y recocido (130°C), sobre la resistencia a fractura del PEUAPM. Para ello se realizaron tres ensayos mecánicos: tracción uniaxial, tenacidad al impacto Izod e integral J sobre especímenes irradiados a diferentes dosis (50-150 kGy) y posteriormente tratados térmicamente. Asimismo, se realizó un estudio fractográfico de las superficies de fractura tanto de los especímenes de tracción como de los de integral J mediante microscopía electrónica de barrido (SEM). Este estudio confirma que una dosis moderada de irradiación y el recocido como método de estabilización preservan la resistencia a fractura del PEUAPM. Finalmente, se subraya la necesidad de seleccionar unas condiciones de irradiación y estabilización adecuadas para alcanzar un rendimiento mecánico óptimo en cada aplicación ortopédica.

ABSTRACT

Highly crosslinked ultra-high molecular weight polyethylenes (UHMWPE) has been recently used in hip joint replacements because of their high wear resistance. The irradiation process crosslinks UHMWPE, but it also creates free radicals, and hence, a method to stabilize the polymer against oxidation is needed. Two different thermal treatments divide orthopaedic community as stabilization strategies, since they may affect other mechanical properties, such as fracture resistance or fatigue resistance. In fact, that is the reason has prevented these materials from incorporating in knee joint replacements. Within this frame, our aim was to assess the effect of irradiation and the thermal treatments, remelting (150 °C) and annealing (130°C), on the fracture resistance of UHMWPE. Thus, three different mechanical tests were carried out: uniaxial tensile tests, Izod impact tests and J-integral on samples irradiated at different doses (50-150 kGy), and subsequently thermal treated. In addition, a fractographic study was performed by means of a scanning electron microscope (SEM) on the fracture surfaces of tensile and J-integral specimens. This study confirms that a moderate irradiation dose and the annealing preserve better the fracture resistance of UHMWPE. Finally, the need of a suitable selection of irradiation and stabilization conditions is remarked in order to achieve an optimal mechanical performance in each orthopaedic application.

ÁREAS TEMÁTICAS PROPUESTAS: Biomateriales y Biomecánica.

PALABRAS CLAVE: Polietileno de ultra alto peso molecular (PEUAPM), irradiación, fractura.

1. INTRODUCCIÓN

La configuración más ampliamente aceptada para las artroplastias totales está basada en un componente metálico que articula frente a polietileno de ultra alto peso molecular (PEUAPM). A pesar de sus ventajosas propiedades tribológicas y su biocompatibilidad [1], el componente de polietileno limita el ciclo vital de la prótesis debido al desgaste [2]. Actualmente, el polietileno altamente reticulado es la mejor opción para reducir el desgaste frente a un metal en las articulaciones artificiales [3], especialmente en las prótesis de cadera. Sin embargo, su eficacia no está totalmente probada en el caso de las prótesis de rodilla [4].

Aunque los métodos radiativos utilizados para reticular el PEUAPM introducen una alta densidad de reticulación, la cual supone una mejora espectacular de la resistencia al desgaste [5], también generan radicales libres que hacen necesario un tratamiento térmico que asegure la estabilidad oxidativa del polímero [6]. Ambos procesos, la irradiación y los tratamientos térmicos, podrían mermar el rendimiento mecánico del PEUAPM en propiedades tan importantes como la resistencia a la fractura, rigidez o resistencia a la fatiga. Esta pérdida de propiedades tiene una alta relevancia, ya que la acumulación de daño por fatiga y la posterior fractura local han sido identificadas como las principales causas de fallo en implantes de rodillas retirados, que normalmente presentan picaduras y signos de delaminación [2]. Además, los niveles de impacto a los que está sometida la rodilla son muy altos, con el consiguiente riesgo de fractura del componente polimérico.

El presente estudio pretende evaluar separadamente la influencia que tienen la irradiación con electrones, y el tratamiento térmico posterior sobre la resistencia a fractura del polietileno altamente reticulado con electrones. Asimismo, se pretende encontrar la correlación entre los cambios microestructurales ocasionados por cada proceso y las variaciones en la resistencia a fractura.

2. MATERIALES Y MÉTODOS

A lo largo de todo este estudio se ha utilizado PEUAPM GUR 1050 moldeado por compresión (Perplas Medical Ltd., Reino Unido). De las placas moldeadas por compresión (500 x 500 x 30 mm), se mecanizaron preformas de especímenes de tracción, impacto e integral J. Éstas fueron irradiadas en aire con haz de electrones a diferentes dosis: 50, 100 y 150 kGy. Tras la irradiación, las preformas se mantuvieron a -20 °C en un congelador, antes de someterlas al tratamiento térmico. Se llevaron a cabo dos tratamientos térmicos diferentes, refundido, a una temperatura $T = 150$ °C, y recocido, que se realizó a $T = 130$ °C. La duración, 2 horas, y el ritmo de enfriamiento fueron iguales en

ambos tratamientos térmicos. Finalmente, las probetas necesarias para la experimentación se mecanizaron a partir de las preformas tratadas.

Los métodos elegidos para obtener información sobre la resistencia a fractura del PEUAPM altamente reticulado fueron el ensayo de tracción uniaxial, el ensayo de tenacidad al impacto Izod y el ensayo de tenacidad integral J. El ensayo de tracción (ASTM D638M) proporcionó una primera estimación de la tenacidad a partir del área bajo la curva o trabajo a la fractura. Por otra parte, las superficies de fractura de los especímenes de tracción se prepararon para su observación en el SEM. Del estudio fractográfico se consiguió la información relativa a las dimensiones de la superficie de fractura, del defecto crítico y la localización de este último en la superficie, datos que permiten estimar la tenacidad del material a partir de expresiones analíticas adecuadas. Los ensayos de tenacidad al impacto Izod se realizaron sobre paralelepípedos con doble entalla siguiendo las indicaciones de la norma ASTM F648. La energía absorbida por la rotura de las probetas condujo a la obtención de la tenacidad al impacto de los materiales estudiados. Por último, el ensayo de integral J multi-especímen se realizó sobre probetas compactas según norma ASTM D 6068-02. Estas probetas se sometieron a fatiga para generar una pregrieta a partir de la entalla mecanizada. Después de la creación de la pregrieta, cada ejemplar se traccionó con el propósito de crecer una grieta de un tamaño determinado. La energía necesaria para crear esta nueva grieta se tomó como el área bajo la curva de tracción. Esta energía nos da una medida de la tenacidad del material. La caracterización completa de cada grupo material se realizó con un mínimo de 7 especímenes, que nos proporcionan la curva J-R (tenacidad-resistencia crecimiento de grieta). El tamaño de grieta se midió observando los especímenes, convenientemente preparados, en el SEM. Las imágenes de microscopía se analizaron por medio del programa de análisis de imagen Digital Micrograph 3.3.1, que permitió medir el tamaño de grieta y otras características geométricas.

3. RESULTADOS

En primera instancia, los ensayos a tracción uniaxial confirmaron la disminución de la deformación a rotura, ϵ_r , del PEUAPM con dosis crecientes de radiación. Por otra parte, los tratamientos térmicos provocaron una disminución de la tensión de fluencia, σ_y , especialmente acusada tras el refundido. Sin embargo, ambos tratamientos térmicos no alteraron los valores de la ϵ_r . Por otra parte, el trabajo a fractura ofreció una medida de la resistencia a fractura del PEUAPM altamente reticulado desde un punto de vista cuasi-estático. El trabajo de fractura se hizo más pequeño cuanto mayor fue la dosis de radiación recibida por el PEUAPM. Los tratamientos térmicos tuvieron un efecto similar sobre el

trabajo a fractura. Por un lado, el refundido no introdujo diferencias significativas en los resultados de trabajo a fractura, salvo para los materiales irradiados a la dosis más alta, en los que se confirmó un considerable descenso (~40%). Cuando el material se sometió al recocido la tenacidad disminuyó también para las dosis más altas, pero más ligeramente, un 20%, en el caso de 150 kGy. En la Tabla 1 se pueden observar los valores del trabajo a fractura para todos los materiales estudiados.

PEUAPM (Dosis kGy)	Trabajo a fractura (MPa ó MJm ⁻³)	Impacto (kJ/m ²)	*Integral J (Δa = 1 mm) (kJ/m ²)
Virgen	92 ± 23	121 ± 7	77 ± 6
β50	80 ± 12	99 ± 7	32 ± 3
β100	68 ± 21	66 ± 2	19 ± 4
β150	50 ± 8	53 ± 3	16 ± 2
β50R	71 ± 20	91 ± 5	22 ± 1
β100R	61 ± 19	70 ± 5	17 ± 2
β150R	29 ± 2	57 ± 8	12 ± 2
β50A	77 ± 4	96 ± 4	35 ± 2
β100A	55 ± 7	61 ± 1	20 ± 3
β150A	40 ± 4	49 ± 3	12 ± 1

Tabla 1. Resultados de trabajo a la fractura en ensayos de tracción, tenacidad al impacto y valor de J para los polietilenos estudiados.

En cuanto al estudio fractográfico de las superficies de fractura, todos los materiales estudiados revelaron un mecanismo de fallo muy parecido. En todas ellas, se detectó una región de forma casi circular o semicircular, total o parcialmente embebida en la superficie de fractura, que se identificó como la zona de crecimiento lento o estable de la fractura. Dentro de esta zona se distinguió una pequeña fisura que probablemente actuó como defecto inicial, aunque no fue visible en todas las superficies. En estos casos, la fisura posiblemente estuvo situada en los bordes de la superficie, y no se observa en la micrografía. Además de contener la fisura, la zona de crecimiento estable de la fractura se caracterizó por disponer unas bandas o círculos concéntricos, que sugerían un crecimiento a “pequeños” pasos desde el defecto inicial. Para terminar, el resto de la superficie de fractura, que fue la zona de fractura rápida o de crecimiento inestable, presentó un aspecto suave, con estrías radiales que partían de la zona de crecimiento estable. A modo de ejemplo en la figura 1 se presenta la superficie de fractura del PEUAPM irradiado con electrones a 100 kGy.

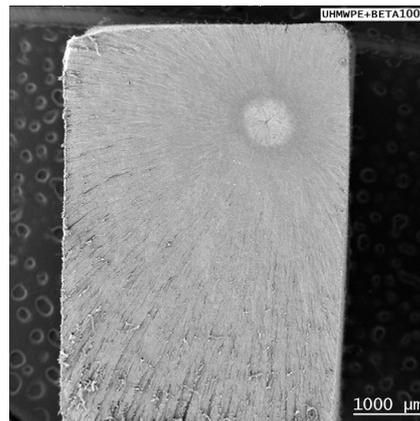


Figura 1. Superficie de fractura de PEUAPM irradiado a 100 kGy.

El análisis de las superficies de fractura confirmó una pérdida gradual de las bandas concéntricas dentro de la zona de crecimiento estable conforme el PEUAPM fue irradiado a dosis más altas. Incluso en las superficies de fractura correspondientes a 150 kGy, el aspecto de la zona de fractura rápida es mucho más suave y las estrías radiales aparecen parcialmente difuminadas. En cuanto al efecto de los tratamientos térmicos sobre el aspecto de las superficies de fractura, los polietilenos irradiados y tratados térmicamente presentaron características fundamentalmente iguales a las de los polietilenos únicamente irradiados. Independientemente del tratamiento, se manifestó la desaparición gradual de las bandas concéntricas dentro del defecto inicial, de forma más evidente cuanto mayor fue la dosis recibida por el material. Un aspecto fractográfico que se modificó tras los procesos estabilización fue el tamaño de las zonas de crecimiento lento de la fractura.

	β50	β100	β150
PEUAPM irradiado	0.35 ± 0.11	0.35 ± 0.06	0.25 ± 0.05
PEUAPM irradiado y refundido	1.60 ± 0.32	1.20 ± 0.42	2.15 ± 1.48
PEUAPM irradiado y recocido	1.27 ± 0.47	1.6 ± 0.61	2.03 ± 1.01

Tabla 2. Tamaños promedio (mm) de los defectos iniciales de polietilenos irradiados con electrones y posteriormente refundidos o recocidos.

Como se puede observar en la Tabla 2, después del refundido los tamaños promedio, tomados como el radio de los defectos iniciales, fueron notablemente superiores a los del polímero irradiado. También el recocido produjo un aumento en el tamaño del defecto inicial, aunque sin llegar a los alcanzados en el refundido. En general, el efecto de la dosis de radiación se hizo sensible dentro de los materiales tratados térmicamente mostrando un mayor tamaño de defecto inicial para las dosis de radiación más altas. La

tendencia opuesta se encontró para el material únicamente irradiado.

Aparte de la información sobre la respuesta tenaz obtenida en los ensayos mecánicos, el análisis fractográfico de las superficies de fractura de los especímenes de tracción permitió calcular valores de tenacidad. Para ello, se usaron las aproximaciones analíticas siguientes en función de la forma y localización del defecto, así como los datos de tensión a rotura:

Defecto circular embebido:

$$K_{Ic} = \frac{2\sigma^* \sqrt{\pi a_c}}{\pi} \quad (\text{ec. 1})$$

Defecto semielíptico:

$$K_{Ic} = \frac{1.12\sigma^* \sqrt{\pi a_c}}{\phi} \quad (\text{ec. 2})$$

Defecto circular en esquina

$$K_{Ic} = \frac{(1.12)^2 \sigma^* \sqrt{\pi a_c}}{\phi} \quad (\text{ec. 3})$$

En las expresiones anteriores, K_{Ic} es el factor de intensidad de tensiones crítico, σ^* es la tensión real a rotura, a_c el tamaño de la grieta en el momento de la rotura, y ϕ es un factor geométrico que depende de la forma, dimensión y posición del defecto dentro de la superficie de fractura. Los resultados de K_{Ic} obtenidos mediante las aproximaciones analíticas se presentan en la Tabla 3. De estos resultados podemos concluir que la irradiación introdujo un descenso en la tenacidad a medida que la dosis fue mayor. Por otra parte, el refundido disminuyó la tenacidad excepto a la dosis más alta, mientras que el recocido la aumentó en todos los casos.

	β 50	β 100	β 150
Irradiación	5.79 ± 0.56	5.28 ± 1.29	3.75 ± 0.18
I+Refundido	4.77 ± 0.63	4.76 ± 0.78	3.89 ± 0.08
I+Recocido	5.82 ± 1.40	6.07 ± 1.22	4.92 ± 0.19

Tabla 3. Valores de K_{Ic} (MPam^{1/2}) calculados según aproximaciones analíticas (ecuaciones 1-3).

Los ensayos de tenacidad al impacto dieron información acerca de la respuesta tenaz del polímero en una situación dinámica. Desde este punto de vista, los ensayos de tenacidad al impacto tipo Izod ofrecieron resultados similares a los encontrados en los de trabajo hasta la fractura. Así, el PEUAPM irradiado vio disminuida su tenacidad al impacto respecto al polímero no irradiado, descenso que se hizo más patente al

aumentar la dosis de radiación. Para el caso de 150 kGy, el material mostró una pérdida mayor de tenacidad, del 50% respecto al material virgen. Los tratamientos térmicos posteriores a la irradiación no introdujeron grandes diferencias en la tenacidad al impacto. El refundido mantuvo la respuesta tenaz del polietileno únicamente irradiado, con un ligero descenso a 50 kGy. A dosis más altas, 100 y 150 kGy, la tenacidad subió ligeramente. En la misma línea, el recocido no modificó el comportamiento de la tenacidad al impacto del polietileno irradiado, ya que únicamente se observó un pequeño descenso para todas las dosis. En la Tabla 1 se incluyen los resultados de tenacidad al impacto.

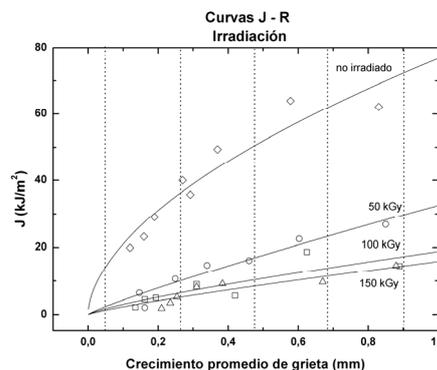


Figura 2. Curvas tenacidad-tamaño de grieta, J-R, de los polietilenos virgen y altamente reticulados.

Finalmente, los ensayos de tenacidad de integral J proporcionaron curvas como las representadas en la Figura 2. En este tipo de ensayo, se midió la tenacidad en una situación de crecimiento lento de grieta. Así, la tracción ejercida sobre la probeta genera lentamente una grieta de un tamaño determinado, que necesita de una energía igual a la del área bajo la curva de tracción. Estas curvas J-R de tenacidad confirmaron la fuerte caída de esta propiedad del PEUAPM tras la irradiación. Los valores del parámetro A en un ajuste de tipo potencial $J = AR^b$ de los datos experimentales, confirman este patrón. Este parámetro A puede ser interpretado como la tenacidad del material cuando la variación del tamaño de la grieta, Δa , es 1 mm. Los valores de A de todos los polietilenos estudiados aparecen en la Tabla 1, donde se puede observar la caída de la tenacidad con la dosis de radiación. El efecto de los tratamientos térmicos sobre las curvas J-R fue diferente en cada caso (Figuras 3 a) y 3b)). Mientras que el refundido introdujo un apreciable descenso de la tenacidad para todas las dosis de radiación, el recocido no causó ninguna influencia negativa en la tenacidad.

Los especímenes utilizados en los ensayos de integral J se observaron al microscopio electrónico de barrido para medir el tamaño de la grieta generada a

tracción. Además de permitir la medida de la grieta, las imágenes de las superficies de fractura de los especímenes compactos proporcionaron evidencias fractográficas que ayudaron al posterior análisis de la respuesta tenaz del PEUAPM convencional y del altamente reticulado. Así, el PEUAPM virgen, no irradiado, mostró superficies de fractura con un aspecto general rugoso (ver Figura 4). En la superficie se distinguieron tres zonas o regiones diferenciadas: la pregrieta originada por fatiga, la grieta generada a tracción en el ensayo de tenacidad, y la zona de fractura final por fatiga. En las tres zonas se identificó un patrón morfológico característico de estrías cruzadas o “criss-cross”. Algunas de estas estrías presentaron un característico rizado que es signo de una importante deformación plástica del material. La grieta generada durante el ensayo de tenacidad apareció como una estrecha franja y marcó los límites con las otras dos regiones halladas en la fractografía.

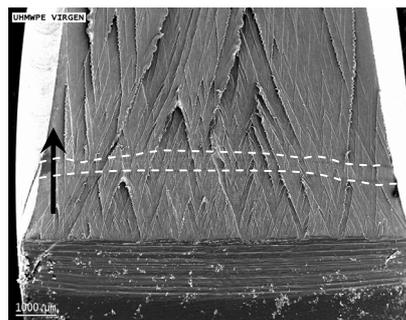
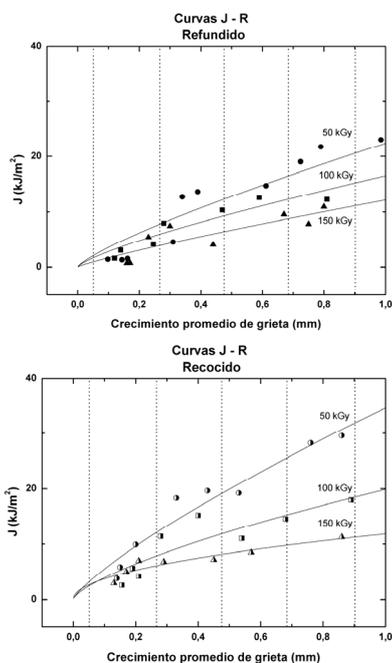


Figura 4. Superficie de fractura de una probeta compacta (integral J) de polietileno virgen.

4. DISCUSIÓN

La tenacidad del PEUAPM se ha evaluado desde diferentes aproximaciones, y los efectos del proceso de irradiación sobre la respuesta tenaz resultan evidentes. Tanto el trabajo a fractura, como la tenacidad al impacto y las curvas J-R confirman un descenso notable de la tenacidad del polímero a partir de dosis de radiación de 50 kGy. Esta caída de la tenacidad ronda el 50 % tanto en el trabajo a fractura como en la tenacidad a impacto. Los cálculos obtenidos mediante aproximaciones analíticas también corroboran la pérdida de tenacidad con la irradiación. Por otra parte, los tratamientos térmicos introducen pocas variaciones en la respuesta tenaz del PEUAPM irradiado. En el caso de refundido, los resultados de los distintos ensayos son dispares, aunque parece concluirse que la tenacidad disminuye tras la fusión del polímero irradiado. Esto se confirma sobre todo en los resultados de trabajo a fractura y en las curvas J-R. El recocido parece conservar mejor la tenacidad del PEUAPM irradiado, e incluso mejoraría la tenacidad a dosis relativamente bajas (50 y 100 kGy) si atendemos a las curvas J-R y a los resultados analíticos de tenacidad (Tabla 3).

La literatura dedicada al estudio de la tenacidad no es demasiado abundante. Algunos estudios se han centrado en la influencia del tipo de resina y el método de esterilización en la resistencia a fractura. Los estudios de Gillis, Duus y Gomoll son quizás los más completos en lo que respecta a la atención a los polietilenos altamente reticulados y a su tenacidad a fractura. En los tres estudios se comprueba la disminución de la tenacidad con la irradiación, pero los procesos de estabilización utilizados son diferentes en cada estudio. Aún más, en el caso del estudio de Gomoll se evalúa la tenacidad de un material sometido a varios procesos térmicos consecutivos. Esto dificulta el discernimiento de los efectos implicados en cada una de las etapas del proceso de reticulación y estabilización. Además, la influencia de los factores microscópicos en la tenacidad del PEUAPM tampoco se identifican plenamente. Los resultados de tenacidad de este estudio permiten completar la perspectiva, y separar



Figuras 3 a) y b). Curvas J-R de PEUAPM altamente reticulados y estabilizados térmicamente.

Las imágenes SEM del PEUAPM altamente reticulado con electrones mostraron superficies de fractura sustancialmente diferentes a las del PEUAPM virgen. En este caso, la superficie mostró un aspecto general mucho más suave, con una menor presencia de estrías cruzadas, aunque sí volvieron a aparecer las tres regiones mencionadas en el caso del polímero virgen. Respecto a los polietilenos altamente reticulados y tratados térmicamente las superficies de fractura mantuvieron los mismos rasgos fractográficos que el material únicamente irradiado.

inequívocamente los efectos de cada proceso en la respuesta tenaz del polímero.

Tanto nuestros resultados como los de la literatura parecen confirmar la influencia de la densidad de reticulación, introducida por la irradiación, en la tenacidad. La reducción de la ductilidad que produce una alta densidad de reticulación probablemente afecta a los modos amorfos de deformación y a los mecanismos de rotura, al causar una restricción en la movilidad molecular como propuso Lin. Así, una ductilidad disminuida se traduce en una tenacidad menor en el caso de los PEUAPM altamente reticulados. Por otra parte, las variaciones del contenido cristalino ocasionadas por los procesos de irradiación y estabilización también parecen afectar a la tenacidad aunque de forma más leve. Los pequeños cambios observados en la tenacidad tras los tratamientos térmicos podrían deberse a variaciones del contenido cristalino y/o del tamaño cristalino. Estas alteraciones de la cristalinidad podrían afectar a los modos cristalinos de deformación del polímero.

Finalmente, la fractografía de los especímenes de tracción y los de integral J también apunta a una pérdida de ductilidad o capacidad de deformación causada por la irradiación. Al incrementarse la dosis desaparecen los indicios de ductilidad encontrados en la fractografía de las muestras del polímero no irradiado. Así, en las superficies de los especímenes compactos se pasó de un aspecto general rugoso, con una abundante presencia del patrón de estrías cruzadas con los bordes rizados, a un aspecto mucho más suave y sin signos de rizado en las estrías cruzadas. Los tratamientos térmicos no alteraron el aspecto morfológico creado por la irradiación, manifestando que la disminuida ductilidad que provoca la irradiación es la responsable del comportamiento a fractura. Por tanto, los cambios en la cristalinidad que se originan a causa de los tratamientos térmicos no se tradujeron en variaciones de la fractografía respecto a los especímenes irradiados.

La completa caracterización de la resistencia a fractura que se ha realizado permite predecir el rendimiento del PEUAPM altamente reticulado en usos médicos. La tenacidad del PEUAPM altamente reticulado y posteriormente estabilizado parece estar gobernada por factores microestructurales como la cristalinidad y la densidad de reticulación. Otros estudios sobre la resistencia a fatiga de los PEUAPM altamente reticulados y estabilizados también confirman una notable dependencia de esta última propiedad respecto de los cambios microestructurales ocasionados por el proceso global de reticulación y estabilización. Por tanto, se hace necesario recabar un conocimiento exhaustivo de los efectos que los procesos de irradiación y tratamiento térmico tienen sobre la microestructura de los polietilenos altamente reticulados. Así, las distintas exigencias de cada articulación (rodilla, cadera, hombro, etc.) deberían motivar una adecuada selección de las propiedades

mecánicas de nuestro material en cada aplicación ortopédica concreta, y por tanto una microestructura idónea para la función que el material va a desempeñar.

5. CONCLUSIÓN

El presente estudio confirma una notable influencia de la irradiación con electrones sobre la resistencia a fractura del PEUAPM. Así todos los ensayos de tenacidad confirmaron que la irradiación produjo un notable descenso de la tenacidad, probablemente asociado al aumento de la densidad de reticulación. Por su parte, los tratamientos térmicos no produjeron cambios sustanciales en la respuesta tenaz del PEUAPM altamente reticulado, como así corroboran las curvas de J-R. Mientras que el refundido causó un pequeño descenso de la tenacidad, el recocido produjo el efecto contrario para dosis relativamente bajas (<100 kGy). Por tanto, puede concluirse que la densidad de reticulación es la propiedad que gobierna la respuesta tenaz, mientras que un aumento de la cristalinidad puede suponer pequeñas mejoras. A la vista de los resultados del presente estudio, una aplicación ortopédica con un requerimiento alto de resistencia a fractura debería optar por un PEUAPM irradiado a una dosis moderada (<100 kGy) y el recocido como método de estabilización oxidativa.

6. AGRADECIMIENTOS

Este estudio ha sido financiado por la Comisión Interministerial de Ciencia y Tecnología (CICYT) con el proyecto MAT 2003-2340.

7. REFERENCIAS

- [1] Kurtz SM, Muratoglu OK, Evans M, Edidin AA. *Advances in the processing, sterilization, and crosslinking of ultra-high molecular weight polyethylene for total joint arthroplasty*. Biomaterials 1999; 20:1659–1688.
- [2] Schmalzried TP, Callaghan JJ. *Current concepts review—Wear in total hip and knee replacements*. J Bone Joint Surg 1999; 81:115–136.
- [3] Lewis G. *Properties of crosslinked ultra-high-molecular-weight polyethylene*. Biomaterials 2001; 22: 371-401.
- [4] Wang A, Essner A, Polinesi VH, Stark C, Dumbleton JH. *Lubrication and wear of ultra high molecular weight polyethylene in total joint replacements*. Tribol Int 1998; 31: 17–33
- [5] Muratoglu OK, Bragdon CR, O'Connor DO, Travers JT, Perinchieff RS, Jasty M, Rubash HE, Harris WH. *Markedly Improved Adhesive Wear and Delamination Resistance with a Highly Crosslinked UHMPWE for use in Total Knee Arthroplasty*. 47th Annual Meeting, Orthopaedic Research Society, 2001, San Francisco, California.
- [6] Premnath V, Harris WH, Jasty M, Merrill EW. *Gamma sterilization of UHMWPE articular implants: an analysis of the oxidation problem*. Biomaterials 1996; 17: 1741-53.

**FATIGA E INTERACCIÓN
CON EL MEDIO AMBIENTE**

ANÁLISIS COMPARATIVO DE DOS MODELOS PARA LA PROGRAMACIÓN Y EVALUACIÓN DE ENSAYOS DE FATIGA

E. Castillo¹, A. Fernández Canteli², M. López Aenlle², A. Ramos², R. Koller³

¹Dpto. de Matemática Aplicada. Universidad de Cantabria.
Avda. de los Castros s/n, 39005 Santander
castie@unican.es

²Dpto de Construcción e Ingeniería de Fabricación. Universidad de Oviedo.
Campus de Viesques, s/n, 33203-Gijón
e-mail: afc@uniovi.es

³Empa, Laboratorio Federal Suizo de Ensayo de Materiales e Investigación.
Überlandstrasse 129, 8600 Dübendorf, Suiza
Roland.Koller@empa.ch

RESUMEN

En este trabajo, se analizan comparativamente dos metodologías para la planificación y evaluación de ensayos de fatiga: la primera de ellas basada en un método de los escalones modificado, que postula una distribución de Weibull para el rango de tensiones para un número fijo de ciclos, en lugar de la distribución normal considerada en el método convencional, y la segunda basada en el modelo de regresión para todo el campo S-N desarrollado por Castillo et al. Los dos modelos se aplican a los resultados de un programa experimental de fatiga llevado a cabo en el Empa (Laboratorio Federal Suizo de Ensayos de Materiales e Investigación) con el fin de determinar la distribución del rango de tensión para un límite de ciclos dado. Finalmente se valoran los resultados obtenidos según ambas metodologías.

ABSTRACT

In this work, two approaches for planning and evaluating fatigue results are analyzed and compared: The first of them is based on a modified up-and-down method that assumes a Weibull distribution for the stress ranges for given number of cycles rather than the normal distribution used in the conventional method. The second one uses the regression model developed by Castillo et al. that defines the whole S-N field. Both models are used in the analysis of the results obtained from a fatigue experimental program carried out at the Empa (Swiss Federal Laboratories of Materials Testing and Research) with the aim of determining the stress range distribution for a limit number of cycles. Finally, a comparison between both approaches is then performed.

ÁREAS TEMÁTICAS PROPUESTAS: Fatiga e Interacción con el Medio Ambiente.

PALABRAS CLAVE: Fatiga, campo S-N, modelos de evaluación.

1. INTRODUCCIÓN

La optimización de programas de fatiga, que implica problemas como planificación, ensayo y evaluación de resultados es un asunto de importancia para los laboratorios de ensayo de materiales y un tema frecuente en la bibliografía, al que se enfrentan desde hace ya tiempo los grupos de investigación que trabajan en el campo de fatiga.

En la comunidad investigadora hay una creencia generalizada de que no existe ningún modelo específico que resuelve de manera satisfactoria todos los problemas arriba mencionados, es decir, completo. Sin embargo, el llamado método de los escalones [1,2,3]

está reconocido como un procedimiento útil para el estudio de las propiedades de materiales en fatiga, no sólo por parte de los investigadores más prácticos de los laboratorios de ensayos sino también de los medios universitarios. Esto puede ser debido a la simplicidad asociada a la estrategia de ensayos y a la técnica de evaluación asociada al método de los escalones, que es sencilla de entender y de aplicar en la práctica. A pesar de la información parcial y limitada que proporciona el método de los escalones, consistente en la determinación del rango de tensiones para un número límite de ciclos dado, se considera, creemos injustificadamente, que el método suministra una información sobre fatiga suficiente y fiable para el cálculo en la práctica ingenieril.

Entre las limitaciones del método de los escalones figura la hipótesis de una distribución normal (o logarítmico-normal) del rango de tensiones, que no está justificada por el análisis estadístico de datos reales [4,5]. Por otro lado, los resultados correspondientes a la región de fatiga de alto número de ciclos, es decir, la verdaderamente implicada en el método de los escalones, debe ser complementada con resultados en la zona de vida media en fatiga si pretende determinar el campo completo S-N para su uso en el actual cálculo de vida en fatiga.

En este trabajo, se presenta una estrategia alternativa de ensayos de fatiga, desarrollada por los autores [4], basada en un modelo de regresión Weibull, y la consiguiente estimación de parámetros. El modelo permite determinar el campo completo S-N, pudiendo incorporar en el análisis los resultados procedentes de diferentes tamaños de probeta [5]. En primer lugar, se presentan someramente los dos modelos considerados aquí, es decir, el basado en el método de los escalones y el de regresión se presentan, justificándose en el método de los escalones el considerar una distribución de Weibull para el rango de tensiones, lo que conduce a lo que se puede denominar método Weibull de los escalones. A continuación, se procede a la evaluación, según las dos metodologías, de los resultados obtenidos en el programa experimental de fatiga desarrollado en el Empa (Laboratorio Federal Suizo de Ensayos de Materiales e Investigación) y se realiza un análisis comparativo. Tras lo cual se analiza la aplicabilidad y fiabilidad resultante y se discuten las ventajas y limitaciones de ambos métodos. Por último se presentan las conclusiones de la investigación.

2. EL MÉTODO NORMAL Y EL MÉTODO WEIBULL DE LOS ESCALONES

El método de los escalones, desarrollado por Dixon and Mood, y aplicado inicialmente para resolver problemas de sensibilidad en temas de agricultura, se relaciona con variables que no son factibles de ser medidas directamente [1]. El método encontró más tarde aplicación en programas de fatiga para la estimación probabilística del, impropriadamente, llamado *límite de endurancia* en la región de alto número de ciclos, para un cierto número de ciclos hasta la rotura [2,3]. El uso del método de los escalones en el análisis de fatiga está justificado porque la distribución del rango de tensión, como variable determinante, no puede ser determinada físicamente de forma directa para un número de ciclos fijado. En lugar de ello, el método propone una metodología para proporcionar, indirectamente, la información buscada. Un valor inicial del rango de tensión junto con un escalón constante del rango de tensión son las magnitudes relevantes a elegir. El resultado del ensayo, entendido como rotura o no-rotura, se usa en el siguiente ensayo, de modo que el rango de tensión se reduce si el ensayo precedente desemboca en una rotura, o se incrementa, si la probeta sobrevive al límite de ciclos elegido. La distribución de

probabilidad discreta resultante se evalúa suponiendo una distribución normal para el rango de tensión o su logaritmo, en clara contradicción con la evidencia física. La consideración de una distribución de Weibull en el método de los escalones elimina la limitación física de la versión convencional, pero el método mantiene sin alteración el resto de inconvenientes.

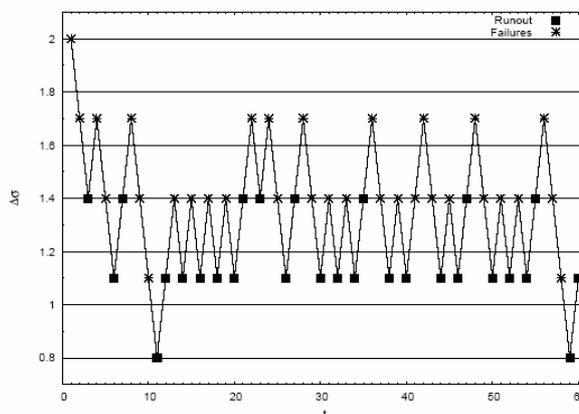


Figura 1. Ilustración del método de los escalones utilizando resultados de Dixon-Mood [1] con cinco niveles de carga.

Aunque esta metodología es adecuada para estimar el valor medio del rango de tensión, no lo es para determinar probabilidades de rotura bajas, como se requiere en la práctica, ya que, debido a la estrategia inherente al método, la mayor parte de los resultados se acumulan en la zona de la mediana, mientras que sólo se proporcionan un escaso número de ensayos en las zonas de percentiles bajos. Como resultado, y a pesar de las mejoras aportadas por diferentes investigadores (ver referencias en [3]), los percentiles bajos se determinan con un considerable grado de incertidumbre. Aparte de esto, se necesita un conocimiento previo de las propiedades de fatiga del material para conseguir una razonable elección del valor inicial del rango de tensión y del tamaño del escalón. Una elección no óptima de ambas magnitudes causa problemas en la evaluación, al introducir incertidumbre en la estimación de la desviación típica de la distribución normal y, en casos, exige un número de ensayos adicionales, lo que incrementa el coste del programa experimental. En consecuencia, esta técnica no es válida para determinar el rango de tensión para cualquier número de ciclos hasta la rotura más allá del límite de ciclos fijado en los ensayos.

Puesto que el análisis en el método de los escalones en su versión estándar se realiza en base a la hipótesis de una distribución normal, no debería ser aplicado en el análisis de vida en fatiga, dado que ésta está sustentada por una distribución de Weibull. Debido a esto, se propone y desarrolla aquí un nuevo método que permite la estimación de los parámetros del modelo de los escalones con independencia de la distribución supuesta.

El método de los escalones puede ser modelado mediante una cadena de Markov, ver Chao y Fuh [6]. Los estados se asocian a los rangos de tensión y las probabilidades de transición son las probabilidades de alcanzar los niveles adyacentes.

Sea p_{it} la probabilidad del ensayo número t realizado al rango de tensión $\Delta\sigma_i$, es decir, supongamos que $t = 1, 2, \dots, n$ es el número de ensayo y el índice $i = \dots, -2, -1, 0, 1, 2, \dots$ está asociado a un rango de tensión $\Delta\sigma_i$, donde el nivel de referencia inicial es $i = 0$. En este caso tenemos la siguiente ecuación de transición:

$$\begin{pmatrix} \dots \\ p_{2,t+1} \\ p_{1,t+1} \\ p_{0,t+1} \\ p_{-1,t+1} \\ p_{-2,t+1} \\ \dots \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} \dots \\ p_{2,t} \\ p_{1,t} \\ p_{0,t} \\ p_{-1,t} \\ p_{-2,t} \\ \dots \end{pmatrix} \begin{pmatrix} \dots & \dots & \dots & \dots & \dots & \dots & \dots \\ 1-\alpha_2 & 0 & \alpha_2 & 0 & 0 & 0 & 0 \\ 0 & 1-\alpha_1 & 0 & \alpha_1 & 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 1-\alpha_0 & 0 & \alpha_0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 1-\alpha_{-1} & 0 & \alpha_{-1} & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & 1-\alpha_{-2} & 0 & \alpha_{-2} \\ \dots & \dots & \dots & \dots & \dots & \dots & \dots \end{pmatrix}, \quad (1)$$

que en forma compacta se puede escribir como:

$$p_{t+1} = p_t T, \quad (2)$$

donde p_t es una matriz que da la probabilidad de la función de masa asociada al escalón t del ensayo, y T es la matriz de probabilidad de transición. De acuerdo con ello tenemos:

$$p_t = p_0 T^t, \quad (3)$$

donde p_0 es la probabilidad inicial, es decir, las probabilidades asociadas al primer ensayo (si de manera determinista se decide comenzar en el nivel $i = 0$, se trataría de una matriz con todo ceros excepto un 1 en la posición $i = 0$). Dado que las probabilidades α_i de niveles muy altos y muy bajos tienden, respectivamente, a 1 y a 0, la ecuación (1) para un valor dado de $i = k$ puede sustituirse por la ecuación:

$$\begin{pmatrix} p_{k,t+1} \\ \cdot \\ \cdot \\ \cdot \\ p_{2,t+1} \\ p_{1,t+1} \\ p_{0,t+1} \\ p_{-1,t+1} \\ p_{-2,t+1} \\ \cdot \\ \cdot \\ \cdot \\ p_{-k,t+1} \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} p_{k,t} \\ \cdot \\ \cdot \\ \cdot \\ p_{2,t} \\ p_{1,t} \\ p_{0,t} \\ p_{-1,t} \\ p_{-2,t} \\ \cdot \\ \cdot \\ \cdot \\ p_{-k,t} \end{pmatrix} \mathbf{T}^t \quad (4)$$

donde

$$(T) = \begin{pmatrix} 0 & 1 & \dots & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & \dots & 0 & 0 \\ \cdot & \cdot \\ \cdot & \cdot \\ \cdot & \cdot \\ 0 & 0 & \dots & 1-\alpha_2 & 0 & \alpha_2 & 0 & 0 & 0 & 0 & \dots & 0 & 0 \\ 0 & 0 & \dots & 0 & 1-\alpha_1 & 0 & \alpha_1 & 0 & 0 & 0 & \dots & 0 & 0 \\ 0 & 0 & \dots & 0 & 0 & 1-\alpha_0 & 0 & \alpha_0 & 0 & 0 & \dots & 0 & 0 \\ 0 & 0 & \dots & 0 & 0 & 0 & 1-\alpha_{-1} & 0 & \alpha_{-1} & 0 & \dots & 0 & 0 \\ 0 & 0 & \dots & 0 & 0 & 0 & 0 & 1-\alpha_{-2} & 0 & \alpha_{-2} & \dots & 0 & 0 \\ \cdot & \cdot \\ \cdot & \cdot \\ \cdot & \cdot \\ 0 & 0 & \dots & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & \dots & 0 & 1 \end{pmatrix}$$

es decir, la matriz infinita T puede ser reemplazada por una matriz finita. Esta aproximación es preferible a la propuesta por Chao y Fuh [6] ya que mantiene una de las características del modelo de los escalones consistente en el hecho de que algunos rangos de tensión no son posibles para los escalones impares y otros tampoco lo son para los pares.

Los valores esperados del número de ensayos realizados a todos los niveles se pueden calcular como sigue. Siendo X_t una matriz de filas que contiene como elementos, x_{it} , el número de ensayos llevados a cabo en el rango de tensión $\Delta\sigma_i$ tras t etapas del método de los escalones. El valor esperado, $E(X_t)$ de X_t , incluyendo la etapa inicial es:

$$E(X_t) = p_0 (I + T + T^2 + \dots + T^t). \quad (5)$$

Como la matriz T puede escribirse:

$$T = C Q C^{-1}, \quad (6)$$

donde Q es una matriz diagonal que contiene sus autovalores y C es una matriz que contiene como columnas los autovectores, la ecuación (5) puede escribirse como:

$$E(X_t) = p_0 C (I + Q + Q^2 + \dots + Q^t) C^{-1} = p_0 C U C^{-1}, \quad (7)$$

donde U es una matriz diagonal cuyos elementos son

$$u_{ii} = \begin{cases} \frac{\lambda_i^{t+1} - 1}{\lambda_i - 1} & \text{if } \lambda_i \neq 1 \\ t + 1 & \text{if } \lambda_i = 1 \end{cases}. \quad (8)$$

y λ_i son los autovalores de Q .

2.1 Ejemplo de aplicación

Consideramos aquí el caso particular de 5 niveles con probabilidades extremas (1 y 0) para α_i en los niveles exteriores para los que resulta:

$$I = \begin{pmatrix} 0 & 1 & 0 & 0 & 0 \\ 1-\alpha_1 & 0 & \alpha_1 & 0 & 0 \\ 0 & 1-\alpha_0 & 0 & \alpha_0 & 0 \\ 0 & 0 & 1-\alpha_{-1} & 0 & \alpha_{-1} \\ 0 & 0 & 0 & 1 & 0 \end{pmatrix}, \tag{9}$$

$$C = \begin{pmatrix} 1 & \frac{\alpha_1\alpha_{-1}}{(-1+\alpha_1)(-1+\alpha_{-1})} & 1 & \frac{\alpha_1\alpha_0}{-1+\alpha_0+\alpha_{-1}-\alpha_0\alpha_{-1}} & \frac{\alpha_1\alpha_0}{-1+\alpha_0+\alpha_{-1}-\alpha_0\alpha_{-1}} \\ -1 & 0 & 1 & \frac{\alpha_1\alpha_0\sqrt{\alpha_{-1}\alpha_0(-1+\alpha_1+\alpha_{-1})}}{(-1+\alpha_0)(-1+\alpha_{-1})} & \frac{\alpha_1\alpha_0\sqrt{\alpha_{-1}\alpha_0(-1+\alpha_1+\alpha_{-1})}}{(-1+\alpha_0)(-1+\alpha_{-1})} \\ 1 & \frac{\alpha_{-1}}{-1+\alpha_{-1}} & 1 & \frac{\alpha_0(-1+)}{-1+\alpha_1+\alpha_{-1}} & \frac{\alpha_0}{-1+\alpha_1+\alpha_{-1}} \\ -1 & 0 & 1 & -\sqrt{\alpha_{-1}\alpha_0(-1+\alpha_1+\alpha_{-1})} & \sqrt{\alpha_{-1}\alpha_0(-1+\alpha_1+\alpha_{-1})} \\ 1 & 1 & 1 & 1 & 1 \end{pmatrix}, \tag{10}$$

$$Q = \begin{pmatrix} -1 & 0 & 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 1 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & -\sqrt{\alpha_0-\alpha_1\alpha_0+\alpha_{-1}-\alpha_0\alpha_{-1}} & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & \sqrt{\alpha_0-\alpha_1\alpha_0+\alpha_{-1}-\alpha_0\alpha_{-1}} \end{pmatrix} \tag{11}$$

y

$$U = \begin{pmatrix} \frac{1-(-1)^{1+t}}{2} & 0 & 0 & 0 & 0 \\ 0 & 1 & 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 1+t & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & \frac{(-\sqrt{\alpha_0-\alpha_1\alpha_0+\alpha_{-1}-\alpha_0\alpha_{-1}})^{1+t} - 1}{-\sqrt{\alpha_0-\alpha_1\alpha_0+\alpha_{-1}-\alpha_0\alpha_{-1}}} & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & \frac{(\sqrt{\alpha_0-\alpha_1\alpha_0+\alpha_{-1}-\alpha_0\alpha_{-1}})^{1+t} - 1}{\sqrt{\alpha_0-\alpha_1\alpha_0+\alpha_{-1}-\alpha_0\alpha_{-1}}} \end{pmatrix}. \tag{12}$$

Nótese que éste es prácticamente el caso de Dixon y Mood [1], en que $\alpha_2 = 0.999767 \cong 1$ y $\alpha_{-2} = 0.006210 \cong 0$.

2.2 Estimación de parámetros

Un método natural para la estimación de los parámetros es el método de máxima verosimilitud, en el que la verosimilitud del camino observado en los ensayos del método de los escalones se maximiza con respecto a los

parámetros a estimar [7]. Una alternativa a este método consiste en minimizar la suma de los cuadrados de las diferencias entre los niveles esperados y observados, ver [4], es decir:

$$\text{Minimizar } Q = [E(X_{ij}(\theta)) - r_i - s_i]^2, \tag{13}$$

θ

que tras la consideración de (7) y(8) conduce a:

$$\text{Minimizar } [C(\theta) U(\theta) C^T(\theta) - r_i - s_i]^2. \tag{14}$$

θ

Para ilustrar el método, lo aplicamos a los datos de Dixon y Mood de la figura 1 suponiendo una distribución normal $N(\mu, \sigma)$ para el límite de endurancia. En este caso el problema de optimización, dado por la expr. (14) se convierte en:

$$\text{Minimizar } [C(\mu, \sigma) U(\mu, \sigma) C^{-1}(\mu, \sigma) - r_i - s_i]^2. \quad (15)$$

La solución de este problema, implementado en Mathematica es:

$$Q = 0.357; \hat{\mu} = 1.319; \hat{\sigma} = 0.187. \quad (16)$$

La matriz de covarianza de los estimadores se puede obtener fácilmente mediante el método *bootstrap* [8,9]. Tras 10.000 simulaciones se obtienen los siguientes intervalos de confianza del 0.95 para μ y σ , respectivamente:

$$(1.238, 1.393) \text{ y } (0.123, 0.299) \quad (17)$$

y una matriz de covarianza:

$$\begin{pmatrix} 0.00162 & -0.00162 \\ -0.00001 & 0.00232 \end{pmatrix} \quad (18)$$

A partir de las simulaciones se deduce también la siguiente información:

$$\begin{aligned} \text{Bias} [\hat{\mu}] &= -0.0016; \text{MSE} [\hat{\mu}] = 0.00162; \\ \text{Bias} [\hat{\sigma}] &= -0.0100; \text{MSE} [\hat{\sigma}] = 0.00242; \end{aligned} \quad (19)$$

3. EL MODELO DE CASTILLO ET AL.

Castillo y Fernández Canteli [4] propusieron un modelo de Weibull para el análisis de los resultados de fatiga, que permite incluir probetas de diferente tamaño en la evaluación (ver [5]). La solución del modelo para el campo S-N, considerando un elemento de longitud L_i solicitado bajo un rango de tensión constante $\Delta\sigma$, viene dada por:

$$(\log N - B)(\log \Delta\sigma - C) = D \left[\left(-\frac{L_0}{L_i} \log(1 - P) \right)^{1/A} - E \right], \quad (20)$$

donde N es la vida de fatiga medida en ciclos, $\Delta\sigma$ el rango de tensión, $P = F(\log N; \Delta\sigma)$ la probabilidad de rotura, L_0 la longitud de referencia, L_i la longitud de probeta y A, B, C, D , y E los parámetros del modelo a estimar, con los siguientes significados (ver fig. 2):

A : Parámetro de forma.

B : Valor umbral o número límite de ciclos N .

C : Valor umbral de $\Delta\sigma$ o límite de endurancia.

D : Factor de escala.

E : Parametro que define la posición de la curva límite o curva de probabilidad cero.

Como se muestra en la fig. 2, las curvas de isoprobabilidad, es decir, las curvas que unen los puntos que representan la misma probabilidad de rotura, están representadas por hipérbolas equiláteras. La expresión analítica del campo S-N permite la predicción probabilística del número de ciclos hasta la rotura bajo carga de amplitud constante. La función de distribución de la vida en fatiga N al rango de tensión $\Delta\sigma_k$ resulta:

$$F(\log N; \Delta\sigma_k) = 1 - \exp \left[-\frac{L_i}{L_0} \left(\frac{(\log N - B)(\log \Delta\sigma - C)}{D} + E \right)^A \right]. \quad (21)$$

La curva correspondiente al percentil cero representa el número mínimo posible de ciclos hasta la rotura por fatiga para diferentes valores de $\log \Delta\sigma$ y es, por tanto, el mismo para todas las longitudes. Este modelo ha sido estudiado y aplicado con éxito a diferentes casos de vida en fatiga tales como alambres y torones con diferente longitud, hormigón armado, etc. (ver Castillo et al. [4,5]).

Es interesante notar que la transformación

$$V = (\log N - B)(\log \Delta\sigma - C), \quad (22)$$

conduce a una variable normalizada V que permite identificar los parámetros del modelo con los de la distribución de Weibull normalizada:

$$F(N; \Delta\sigma) = 1 - \exp \left[-\frac{L_i}{L_0} \frac{V - \lambda_k}{\delta_{ik}} \right]^{\beta_k}, \quad (23)$$

al rango de tensión $\Delta\sigma_k$:

$$\begin{aligned} \lambda(\Delta\sigma_k) &= B - \frac{ED}{\log \Delta\sigma_k - C}, \\ \delta(\Delta\sigma_k) &= \frac{D}{\log \Delta\sigma_k - C} \left(\frac{L_0}{L_i} \right)^{1/A}, \end{aligned} \quad (24)$$

$$\beta(\Delta\sigma_k) = A.$$

La estimación de los parámetros se hace en dos etapas. En la primera, se estiman B y C , mientras que el resto de parámetros, es decir, A, D y E se calculan en el segundo paso. Castillo et al. [4,5,10] han propuesto diferentes métodos matemáticos de solución.

Los programas experimentales de fatiga, generalmente, implican la presencia de resultados de ensayos en los que la probeta ha alcanzado el número límite de ciclos

fijado, sin rotura, o ensayos en los que la rotura se produce por causas accidentales no imputables a un proceso normal de fatiga. Este tipo de datos se denomina datos censurados o supervivientes. En el modelo propuesto es posible recurrir a técnicas estadísticas específicas, como por ejemplo el algoritmo E-M, basado en un proceso iterativo para tratar datos censurados en el análisis estadístico.

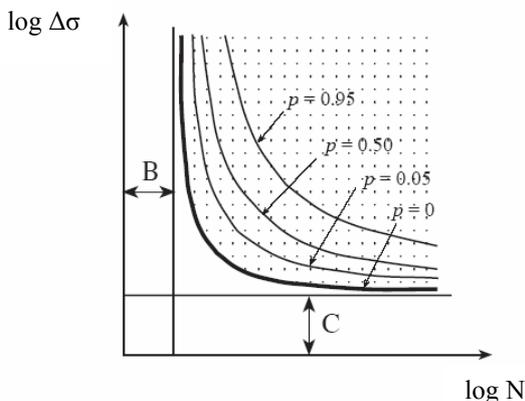


Figura 2. Campo S-N con las curvas de percentiles que representan la misma probabilidad de rotura.

4. PROGRAMA EXPERIMENTAL Y RESULTADOS DE EVALUACION

Con el fin de comparar los análisis de fatiga proporcionados por el modelo de regresión de Castillo et al. [4,5] con los del método de los escalones se llevó a cabo un programa experimental en el Empa (Laboratorio Federal Suizo de Ensayos de Materiales e Investigación en Dübendorf, Zurich) en el que se aplicaron dos estrategias diferentes. El objetivo de la primera consistió en definir el campo S-N completo, mientras que en el segundo, el estudio se restringe a la distribución del rango de tensión para un número límite de 2 millones de ciclos. El número de probetas se limitó a 20 para ambas metodologías.

El material utilizado fue un acero de baja aleación 42CrMo4 (número de material codificado DIN-1.7225) con un valor nominal de la tensión de rotura, $R_m = 1097$ MPa, y un límite elástico, $R_{p,0.2} = 1059$ MPa. Este tipo de material se emplea en construcción estructural debido a su satisfactorio comportamiento mecánico y a fatiga. Para los ensayos se utilizaron máquinas *vibrophone* de alta frecuencia. El montaje del ensayo y la probeta permitieron alcanzar un máximo de 142 Hz. Todos los ensayos se realizaron bajo rango de tensión constante para una relación $R = \sigma_{min} / \sigma_{max} = 0.1$ del nivel de tensión. La temperatura en las probetas se controló en todo momento con el fin de el mecanismo de rotura no quedara afectado durante el ensayo.

En la planificación del programa de ensayos para la determinación del campo S-N se empleó la denominada estrategia *en cascada* [7]. Como el objetivo principal

del programa consistía en comparar los resultados de la resistencia a fatiga mediante ambos métodos para un número límite de ciclos de 2 millones, los resultados están predominantemente concentrados en la zona baja de la curva S-N. Nótese que esto favorece al método de los escalones en la comparación con el modelo de regresión e impide aplicar en este caso la estrategia óptima.

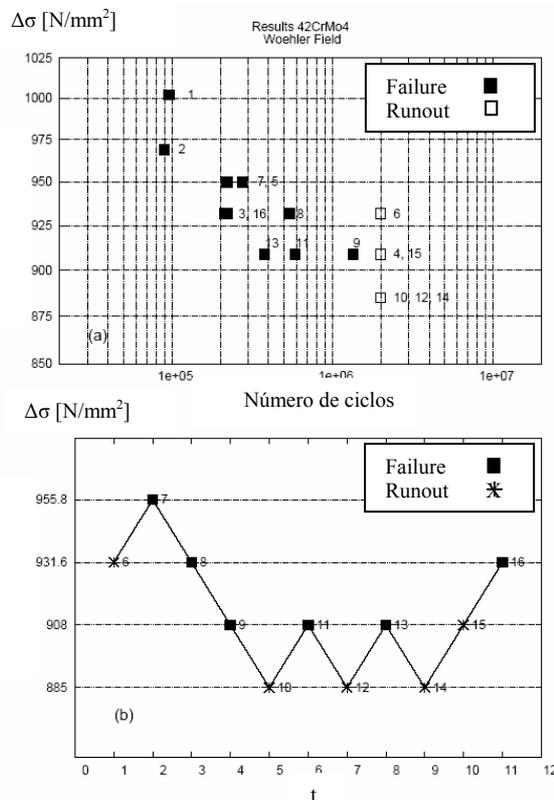


Figura 3. Resultados para el material 42CrMo4: a) campo S-N y b) secuencia de escalones.

En consecuencia, resulta un incremento innecesario del número de ensayos y un aumento de la duración de los mismos, junto con una merma de la fiabilidad al definir el campo S-N. Para proporcionar la información previa necesaria en el método de los escalones se realizaron 5 ensayos, en la primera fase del programa experimental para conseguir una estimación inicial del campo S-N que permita suministrar el salto en el rango de tensión entre los ensayos y el rango de tensión inicial.

El nivel inicial del método de los escalones se tomó directamente de los resultados obtenidos con el modelo de regresión, mientras que la amplitud del escalón se estimó a partir del rango de tensión comprendido entre las curvas de los cuantiles correspondientes a $P = 0,75$ y $0,25$. Se realizó un mínimo de 10 ensayos adicionales para garantizar una fiabilidad razonable.

En la figura 3 se muestran los resultados de fatiga obtenidos en el plan de ensayos de la curva S-N y en la secuencia del programa de los escalones. Los ensayos se etiquetan con el número del ensayo para una fácil

identificación. En la solución del método de los escalones se utilizaron el programa GAMS y el lenguaje R [11] tal como se describe en la sección (2). Las técnicas descritas en la sección (3) se aplicaron en la estimación de parámetros del modelo de regresión. El programa GAMS se utilizó para resolver el problema de optimización.

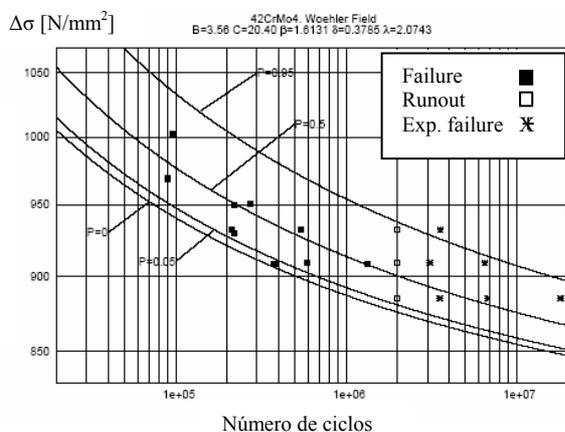


Figura 4.: Campo S-N estimado con el modelo de regresión para un acero 42CrMo4.

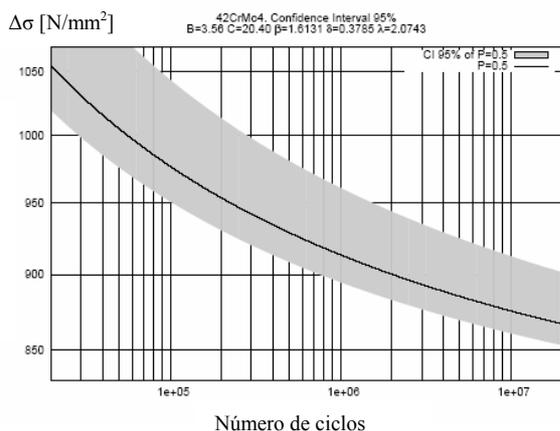


Figura 5. Curva del cuantil P=0.5 e intervalo de confianza del 95% estimados en el modelo de regresión para un acero 42CrMo4.

4.1 Utilizando el método de los escalones clásico y el de Weibull

La media y la desviación típica del método clásico de los escalones calculadas considerando una distribución normal según el método de los mínimos cuadrados, ver sección 2, son:

$$\mu(\log \Delta\sigma) = 20.628 \quad ; \quad \sigma(\log \Delta\sigma) = 0.0249 \quad ,$$

donde $\Delta\sigma$ está dado en Pascales. Tras aplicar el método bootstrap utilizando Matlab y GAMS, con 2.000 simulaciones, estos valores permanecen dentro de los siguientes intervalos de confianza de 0.95 para μ y σ , respectivamente:

(20.607, 20.650) y (0.0025, 0.047) .

Alternativamente, suponiendo una distribución de Weibull en la evaluación del método de los escalones y recurriendo al método de máxima verosimilitud, los parámetros obtenidos fueron:

$$\beta = 1.598 \quad , \quad \delta = 0.0435 \quad , \quad \lambda = 20.590 \quad .$$

De nuevo, se aplicó el método del *bootstrap* para definir los intervalos de confianza para β, δ y λ , resultando, respectivamente:

(1.3607, 21.92), (0.035, 0.093) y (20.55, 20.59) .

4.2 Utilizando el modelo de Castillo et al.

Mediante el empleo del modelo de regresión considerando los 15 resultados, se obtuvieron las siguientes estimaciones para los parámetros:

$$B=3.57, \quad C=20.40, \quad \beta = 1.61, \quad \delta = 0.38 \quad \text{y} \quad \lambda = 2.07 \quad .$$

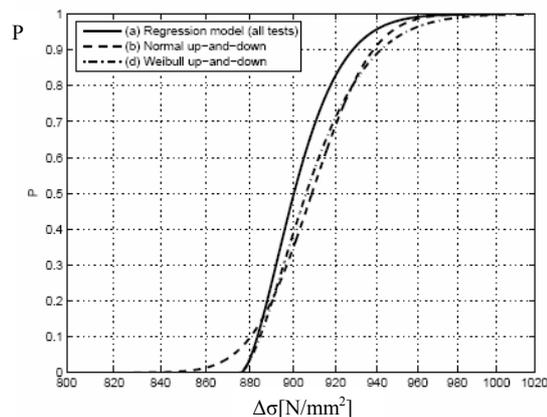


Figura 6. Funciones de distribución ajustadas a los resultados de fatiga con ambos modelos para un acero 42CrMo 4

En la figura 4 se muestra el campo S-N estimado juntamente con los resultados de los ensayos de fatiga. La bondad de los estimadores de los parámetros se contrastó con la técnica *bootstrap*: Se realizaron 2.000 simulaciones utilizando Java y GAMS. De este modo, se obtuvieron 2.000 valores de los parámetros de los que se dedujeron los valores correspondientes de la curva $P = 0.5$, ver figura 5.

4.3 Análisis de los resultados

La tabla 1 muestra los resultados del límite de durancia para las probabilidades de rotura $P = 0.05$ y 0.5 resultantes de los tres métodos considerados; en general, los resultados muestran una buena correspondencia. De hecho, las dos distribuciones Weibull obtenidas, ver fig. 6, una deducida con el modelo de escalones y la otra con el modelo de regresión coinciden prácticamente para $P=0$. La diferencia más significativa observada se produce para

el extremo inferior entre la distribución normal y las otras distribuciones de Weibull, debido al carácter no acotado de la distribución normal.

Las pequeñas discrepancias observadas entre la f.d.d del modelo de regresión y las f.d.d.s del método de los escalones podrían ser debidas a los cinco ensayos adicionales iniciales utilizados en el modelo de regresión, mientras que en el método de los escalones aquéllas fueron sólo utilizadas para obtener el rango de tensión inicial y la amplitud del escalón. El resultado puede quedar influido también por el modo en el que se utiliza la información de los ensayos: Contrariamente al modelo de regresión, el modelo de los escalones considera los resultados de forma elemental y limitada, sólo como *rotura* o *superviviente*, sin hacer uso de la información del número de ciclos resultante del ensayo.

Tipo de Modelo	Límite de endurance en [MPa] para $2 \cdot 10^6$ ciclos	
	$P = 0.05$	$P = 0.5$
Modelo de regresión	880	900
Modelo de escalones (distribución normal)	869	910
Modelo de escalones (distribución Weibull)	881	906

Tabla 1. Límite de endurance deducido a partir de los dos modelos para un acero 42CrMo4.

5. CONCLUSIONES

Se ha desarrollado un nuevo modelo del método de los escalones, basado en una distribución triparamétrica de Weibull, para la estimación del límite de endurance para un cierto número de ciclos. El modelo representa una alternativa al método de los escalones clásico basado en una distribución normal.

Las distribuciones estadísticas obtenidas para el rango de tensiones a un número de ciclos dado en un programa de fatiga se calculan según el método de escalones clásico, el método de escalones modificado con Weibull y un modelo de regresión del campo S-N, propuesto por los autores. Los resultados concuerdan aceptablemente.

Sin embargo, queda claro, que el modelo de regresión propuesto es manifiestamente superior a las dos variantes del método de los escalones en lo concierne a la información sobre el cálculo del límite de fatiga, el coste y la duración del programa de ensayos y la posibilidad de utilización de los resultados obtenidos. Así mientras que el modelo de regresión conduce a la definición probabilística de todo el campo S-N, el interés de ambas variantes del método de los

escalones se centra en la distribución probabilística del rango de tensión para un número fijo de ciclos, que, generalmente, está acotado entre 2 y 10 millones de ciclos, debido a limitaciones de coste. Además, la información previa necesaria en el método de los escalones, tal como el rango de tensión inicial y la amplitud del escalón han sido proporcionados por el modelo de regresión.

En cualquier caso, ambos métodos basados en distribuciones de Weibull, el modelo de regresión y el de los escalones modificado, suministran estimaciones más fiables para percentiles de rotura bajos.

AGRADECIMIENTOS

Los autores agradecen el apoyo parcial dado por la Dirección General de Investigación Científica y Técnica (DGICYT) (proyectos DPI 2002-04172 y BIA 2005-07802) del Ministerio Español de Educación y Ciencia.

REFERENCIAS

[1] Dixon, W.J., Mood, A.M., "A method for obtaining and analyzing sensitivity data". J. Amer. Statist. Assoc. Nr. 60, pág. 967-1078, 1948.

[2] Deubelbeiss, E., "Dauerfestigkeitsversuche mit einem modifizierten Treppenstufenverfahren". Materialprüfung, Vol. 16, pág. 240-244, 1974.

[3] Hück, M., Schütz, W., Zenner, H. *Ansatz und Auswertung von Treppenstufenversuchen im Dauerfestigkeitsbereich*. Industrieanlagen-Betriebsgesellschaft mbH, Bericht B-TF-7428. 1978.

[4] Castillo, E., Fernández Canteli, A., "A general regression model for lifetime evaluation and prediction". Int. Journal of Fracture, Nr. 107, pág. 117-137, 2001.

[5] Castillo, E., López Aenlle, M., Ramos, A., Fernández Canteli, A., Esslinger, V., Kieselbach, R., "Length effect on the fatigue strength of prestressing wires and strands. Analysis of the independence model". Int. J. of Fatigue. To be published.

[6] Chao, and Fuh, "Bootstrap methods for the up and down test on pyrotechnics sensitivity analysis". Statistica Sinica, pág. 1-21, 2001.

[7] Castillo, E., Ramos, A., López Aenlle, M., Fernández Canteli A., "A sensitivity analysis of a fatigue model as a tool to redefine test strategies". Proc. of the 5th Int. Conference Fatigue 2003 of the Engineering Integrity Society. Cambridge, UK April 2003.

[8] Chernick, M.R., *Bootstrap methods*. Wiley Series in Probability and Statistics, John Wiley & Sons, 1999.

[9] Effron, B., Tibshirami, R.J., *An introduction to the bootstrap*. Chapman & Hall/CRC, 1993.

[10] Castillo, E., Fernández Canteli, A., Hadi, A.S., “On fitting a fatigue model to data” *Int. J. of Fatigue*, Nr. 21, pág. 97-106, 1999.

[11] Ihaca, R., Gentleman, R., “R: A language for data analysis and graphics”. *J. of Compt. Nad Graphical Statistics*, Nr. 5 (3), pág. 299-314, 1999.

MEJORA DE LA FIABILIDAD EN EL DIMENSIONAMIENTO A FATIGA UTILIZANDO ANÁLISIS MODAL

M. López Aenlle¹, R. Brincker², A. Fernández Canteli¹, L.M. Villa García¹

¹ Dpto de Construcción e Ingeniería de Fabricación. Universidad de Oviedo.
Campus de Viesques, s/n, 33203-Gijón, España.
e-mail: aenlle@uniovi.es
Tfno: 985182057. Fax: 985182055

² Department of Building Technology and Structural Engineering
Aalborg University, Sohngaardsholmsvej, 57, 9000, Denmark.

RESUMEN

La caracterización a fatiga del material y las historias de tensiones que se producen en los puntos más solicitados del elemento mecánico o estructural, son las principales fuentes de incertidumbre en el dimensionamiento a fatiga de estructuras y componentes mecánicos. En este trabajo se presenta una metodología que permite abordar el dimensionamiento a fatiga utilizando análisis modal. A partir de las aceleraciones registradas en puntos discretos de la estructura y de los parámetros modales obtenidos mediante identificación modal, es posible estimar las historias de tensiones presentes en cada punto de la estructura. Finalmente, el cálculo a fatiga se realiza mediante la curva S-N del material y las tensiones estimadas mediante análisis modal, con aplicación de un modelo de acumulación de daño.

ABSTRACT

The main sources of uncertainty in fatigue design of structures and mechanical components are the fatigue material characterization and the real stress time histories present in the most stressed points of a structure or mechanical element. In this work, an approach allowing us to proceed to fatigue design using modal analysis is presented. The stress histories at whichever location in the structure are estimated from the recorded accelerations and the modal parameters obtained through modal identification. Finally, the fatigue design is carried out using S-N curves and the stresses estimated by modal analysis when applying a fatigue damage accumulation model.

ÁREAS TEMÁTICAS PROPUESTAS: Fatiga e Interacción con el Medio Ambiente.

PALABRAS CLAVE: Fatiga, Análisis modal

1. INTRODUCCIÓN

En el dimensionamiento a fatiga existen dos fuentes principales de incertidumbre: la caracterización del material a fatiga debido a la dispersión de los resultados experimentales y a la dificultad para extrapolar esta información para tensiones de amplitud variable, y la determinación de las tensiones reales que se aparecen en cada punto de la estructura (historia de tensiones) como consecuencia de las cargas que actúan, gran parte de las cuales son de amplitud variable y de naturaleza aleatoria.

La fiabilidad en la caracterización de los materiales a fatiga se puede mejorar considerablemente optimizando la estrategia que se sigue en los ensayos y analizando los resultados mediante modelos estadísticos adecuados [1].

En lo que se refiere a las historias tensionales, el nivel de incertidumbre es considerablemente alto. Por un lado, las propiedades de rigidez, masa y amortiguamiento de la estructura sólo se pueden estimar

de forma aproximada. Por otro lado, en el cálculo se suelen utilizar modelos de cargas simplificados, que no reflejan con suficiente precisión las características de las cargas que realmente actúan sobre la estructura (amplitud variable, naturaleza aleatoria, contenido en frecuencia, secuencia, etc.).

El análisis modal es una herramienta utilizada en ingeniería mecánica y en ingeniería estructural para la caracterización dinámica, monitorización, etc. de las estructuras, etc. En medianas y grandes estructuras se utiliza principalmente el análisis modal con excitación natural, conocido también como análisis modal operacional [2]. En este caso, la vibración de la estructura está producida por las acciones ambientales u operacionales a las que ésta está normalmente sometida, tales como viento, oleaje del mar, tráfico, irregularidades de la carretera, etc.

Dos aplicaciones potenciales del análisis modal son la determinación de la historia de tensiones en cualquier punto de la estructura y también la estimación de la carga que actúa sobre la estructura.

Las historias de tensiones se pueden estimar a partir de los parámetros modales de la estructura (frecuencias naturales, modos de vibración y amortiguamiento), determinados mediante análisis modal y de los desplazamientos de puntos discretos de la estructura [2] [3].

Alternativamente, se puede utilizar el análisis modal como herramienta para estimar la carga que actúa sobre la estructura para, a continuación, calcular las tensiones mediante un programa de análisis de estructuras [2].

Conocida la historia de tensiones en cada punto y utilizando un modelo de fatiga, se puede evaluar el daño acumulado en cualquier punto de la estructura. Adicionalmente, la evaluación del daño a partir de tensiones reales permitirá corregir las predicciones realizadas en la etapa de proyecto, determinar si una estructura que ha completado la vida estimada en proyecto, puede continuar en servicio y también proporcionar información valiosa para proyectos futuros y para ser incluida en códigos o normas.

El análisis modal también nos proporciona una estimación global del grado de daño presente en la estructura, a través de los cambios que se producen en las frecuencias naturales y, en menor grado, en los índices de amortiguamiento,

2. CARACTERIZACIÓN DE LOS MATERIALES A FATIGA

El cálculo o dimensionamiento de estructuras a fatiga requiere conocer el comportamiento a fatiga de los materiales de los que ésta se compone. El campo S-N o campo de Wöhler es uno de los modelos más utilizados para la caracterización de los materiales a fatiga.

En el campo S-N, se definen dos variables aleatorias relacionadas entre sí: la vida a fatiga N y el rango de tensiones $\Delta\sigma$. El problema consiste, pues, en encontrar un modelo de regresión no-lineal que permita definir el campo S-N de fatiga, y evaluar los parámetros del modelo.

Este análisis, no es sencillo debido al limitado número de resultados experimentales del que se dispone generalmente, distribuidos además en diversos niveles de tensión. Castillo et al., han desarrollado un modelo estadístico [4] para el análisis de resultados de fatiga, derivado de una ecuación funcional y tiene en cuenta aspectos físicos y estadísticos (consistencia, estabilidad y compatibilidad). De acuerdo con este modelo (figura 1), el campo S-N para un elemento sometido a carga de amplitud constante viene definido como:

$$(\log N - B)(\log \Delta\sigma - C) = D \left[[-\log(1 - P)]^{1/A} - E \right] \quad (1)$$

donde N es la vida a fatiga medida en ciclos, $\Delta\sigma$ es el rango de tensión, P es la probabilidad de fallo; y A, B,

C, D y E son los parámetros a estimar, con el siguiente significado:

- A= Parámetro de forma de la distribución de Weibull.
- B= Valor umbral o número de ciclos límite.
- C= Límite de endurencia.
- D= Parámetro de escala.
- E= Parámetro que fija la posición de la curva límite, o de probabilidad nula.

Algunos elementos estructurales, además de las tensiones de amplitud variable debidas a las cargas de

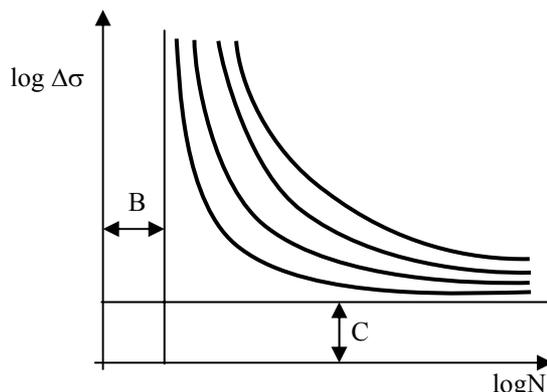


Fig. 1. Campo S-N en fatiga con las curvas de isoprobabilidad.

amplitud variable, están también sometidos a tensiones estáticas importantes. Por tanto, será necesario tener en cuenta el efecto de la tensión media en la resistencia a fatiga.

Las tensiones medias de tracción reducen la resistencia a fatiga, por lo que su efecto debe ser considerado en el análisis. Diversos autores han propuesto fórmulas empíricas, que permiten modificar el límite endurencia σ_{a-end}^0 , obtenido para una tensión media $\sigma_m = 0$. Las fórmulas más conocidas son las de Goodman:

$$\frac{\sigma_a}{\sigma_{a-end}^0} + \frac{\sigma_m}{\sigma_u} = 1 \quad (2)$$

y la de Gerber:

$$\frac{\sigma_a}{\sigma_{a-end}^0} + \left(\frac{\sigma_m}{\sigma_u} \right)^2 = 1 \quad (3)$$

donde σ_a es el límite de endurencia modificado y σ_u es la tensión de rotura a tracción.

Por otro lado, las tensiones medias de compresión aumentan la resistencia a fatiga, pero este efecto no suele considerarse en el análisis.

3. ANÁLISIS MODAL NATURAL

El análisis modal se emplea en ingeniería mecánica y en ingeniería estructural para determinar las características

dinámicas (rigidez y flexibilidad) de las estructuras, estimar la vida de estructuras sometidas a cargas dinámicas, monitorizar estructuras, etc.

En pequeñas estructuras y en elementos y equipos mecánicos se utiliza el análisis modal clásico. El método consiste en aplicar a la estructura una fuerza controlada, utilizando excitadores electrodinámicos o hidráulicos, mesas vibrantes, martillos de impacto, etc.

En estructuras de grandes dimensiones, el análisis modal clásico es prácticamente inviable. Una alternativa al análisis modal clásico es el análisis modal con excitación natural, conocido también como análisis modal operacional. Con este método se utilizan como excitación, las acciones ambientales u operacionales a las que está normalmente sometida la estructura (viento, oleaje del mar, tráfico, irregularidades de la carretera, etc.). Por tanto, en la etapa de ensayo sólo se miden las respuestas de la estructura, que son las que se utilizarán posteriormente en la etapa de identificación [2].

En los ensayos modales operacionales las cargas deben ser del tipo de entrada múltiple, es decir, la carga debe de actuar en tantos puntos de la estructura como sea posible. Además, la precisión de las medidas obtenidas debe ser considerablemente alta.

Las principales ventajas del análisis modal operacional consisten en que el coste de los ensayos es mucho menor y que las respuestas que se obtienen son representativas de las cargas reales a las que está sometida la estructura. Sin embargo, el principal inconveniente del método es que la incertidumbre en la fase de identificación modal aumenta, debido a que no es posible registrar la carga que provoca el movimiento de la estructura.

Otro de los inconvenientes que presenta el análisis modal natural u operacional es que los modos de vibración no pueden normalizarse a la masa, debido a que no se registra la carga. No obstante, en los últimos años se han publicado diversos métodos que permiten determinar los factores de escala modificando el comportamiento dinámico de la estructura, es decir, modificando la rigidez o la masa de la estructura [5][6].

4. IDENTIFICACIÓN MODAL

Las técnicas más utilizadas para la identificación modal en análisis modal operacional son la descomposición en el dominio de la frecuencia y los métodos de identificación de subespacios estocásticos.

La matriz de densidad espectral de la respuesta, $[G_{yy}(\omega)]$ se puede descomponer en coordenadas modales mediante:

$$[G_{yy}(\omega)] = [\Phi][G_{qq}(\omega)][\Phi]^T, \quad (4)$$

donde $[G_{qq}(\omega)]$ es la matriz espectral de las coordenadas modales y $[\Phi]$ la matriz que contiene los modos de vibración.

El método de descomposición en el dominio de la frecuencia [7] se basa en descomponer la matriz $[G_{yy}(\omega)]$ en valores singulares para cada una de las frecuencias del espectro, es decir:

$$[G_{yy}(\omega)] = [U][S][V]^T \quad (5)$$

donde $[U]$ y $[V]$ son los vectores singulares, que son vectores unitarios, y $[S]$ es una matriz diagonal que contiene los valores singulares.

Identificando las ecuaciones (4) y (5) se deduce que los vectores singulares son estimadores de los modos de vibración y los valores singulares son estimadores de la matriz espectral de las coordenadas modales $[G_{qq}(\omega)]$, a partir de las cuales se pueden determinar las frecuencias naturales y el amortiguamiento.

Los métodos de identificación de subespacios estocásticos ajustan modelos paramétricos a las respuestas registradas en el dominio del tiempo. El modelo dinámico en ecuaciones de espacio de estado se puede expresar mediante:

$$\begin{aligned} x_{t+1} &= [A]x_t + w_t \\ y_t &= [C]x_t + v_t \end{aligned} \quad (6)$$

donde x_t es el vector de estado en el instante t , $[A]$ es la matriz del sistema, y_t es el vector de las respuestas en el instante t y $[C]$ es la matriz de observabilidad. La respuesta se genera a partir de dos procesos estocásticos w_t y v_t , que representan el proceso de entrada y el ruido en las respuestas, respectivamente.

Los parámetros modales se obtienen descomponiendo la matriz de observabilidad $[C]$ en valores singulares y extrayendo un subespacio que mantiene los modos de vibración del modelo.

5. CÁLCULO DE TENSIONES MEDIANTE ANÁLISIS MODAL.

La metodología para la estimación de las tensiones a partir de los desplazamientos [3], se puede dividir en seis pasos:

1. El procedimiento comienza registrando las aceleraciones \ddot{y}_{exp} en puntos discretos de la estructura. El número de puntos de medida, la duración de los registros y la posición de los sensores dependen de la geometría de la estructura a estudiar.

En el caso de pequeñas estructuras se puede utilizar tanto análisis modal natural como el análisis modal clásico. No obstante, en caso de utilizar este último, será necesario registrar también la fuerza controlada aplicada a la estructura.

2. A continuación se procede a determinar los parámetros modales de la estructura (frecuencias naturales f_{exp} , modos de vibración ϕ_{exp} , e índices de amortiguamiento ζ_{exp}) mediante alguno de los métodos de identificación modal indicados en el apartado anterior.

3. A partir de los modos experimentales ϕ_{exp} y de los desplazamientos y_{exp} (obtenidos por integración de las aceleraciones), se determinan las coordenadas modales mediante la ecuación:

$$y_{exp} = [\phi]_{exp} \cdot q_{exp} \tag{7}$$

En caso de que el número de grados de libertad registrados sea igual al número de modos de vibración considerados, las coordenadas modales se pueden obtener mediante:

$$q_{exp} = [\phi]_{exp}^{-1} \cdot y_{exp} \tag{8}$$

En caso contrario, la ecuación (7) se resuelve por regresión lineal.

4. El siguiente paso consiste en calibrar un modelo de elementos finitos (mef) de tal manera que se minimice el error entre los modos de vibración numéricos y los experimentales, es decir:

$$\phi_{mef} = [A] \cdot \phi_{exp} \tag{9}$$

donde $[A]$ es una matriz de observabilidad que contiene ceros y unos.

5. Los desplazamientos para todos los puntos del modelo de elementos finitos se pueden calcular ahora mediante:

$$y_{mef} = [\phi]_{mef} \cdot q_{exp} \tag{10}$$

6. Finalmente, las tensiones y las deformaciones en cualquier punto de la estructura se pueden determinar aplicando, al modelo de elementos finitos previamente calibrado, el campo de desplazamientos obtenido en el paso 5.

Una vez que el modelo de elementos finitos ha sido calibrado, la estimación de las tensiones se puede realizar también en tiempo real.

El proceso se muestra de forma esquemática en la figura 2.

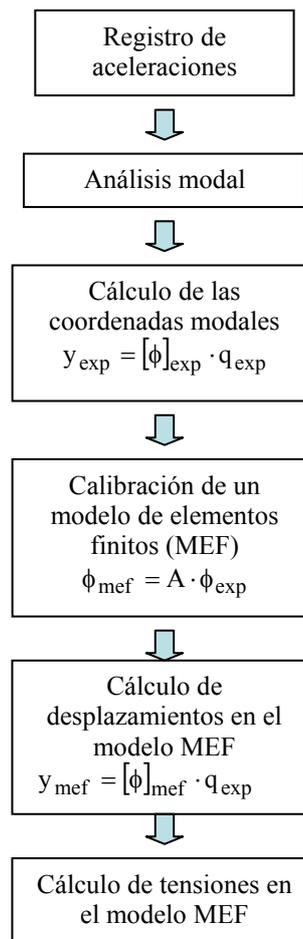


Fig 2. Estimación de tensiones mediante análisis modal.

6. EVALUACIÓN DEL DAÑO A FATIGA

Una vez que se conoce el campo de tensiones en la estructura, ya se pueden seleccionar los puntos en los que se van a realizar los cálculos a fatiga.

Sin embargo, muchas estructuras están sometidas a cargas dinámicas y a cargas estáticas cuya amplitud varía con el tiempo, por lo que la historia de tensiones en cada punto de la estructura será de amplitud variable. Como consecuencia, el campo S-N no es suficiente para realizar los cálculos a fatiga, por lo que se suele aplicar un modelo de acumulación de daño para el dimensionamiento a fatiga [1].

La regla de Palmgren-Miner, más conocida como regla de Miner, ha sido ampliamente utilizada para el dimensionamiento a fatiga bajo cargas de amplitud variable en materiales metálicos y en hormigón.

El concepto de daño acumulado propuesto por Miner, mantiene que el daño es proporcional a la fracción de vida para los diferentes niveles de tensión. Si realizamos n_i ciclos en el nivel de tensión $\Delta\sigma_i$ constante, el daño acumulado será, según el criterio de Miner:

$$M = \frac{n_i}{N_i}, \tag{11}$$

donde M es el índice daño que recibe el nombre de número de Miner.

Si el ensayo de fatiga se realiza a varios niveles de tensión, la regla de Miner establece que el daño es proporcional, es decir

$$M = \sum_i^p \frac{n_i}{N_i} \tag{12}$$

donde p es el número de niveles de tensión ensayados. El fallo se producirá cuando la suma de estos incrementos de daño, a los diferentes niveles de tensión, alcance la unidad.

La regla de Miner no tiene ninguna base experimental o estadística, es decir, se trata de una medida abstracta del grado de daño en el material, ya que no responde a la medida de una magnitud física representativa del daño presente en el material [1] [8].

Se ha constatado que la regla de Miner no siempre proporciona resultados conservadores, por lo que habitualmente se utilizan coeficientes de seguridad muy altos. No obstante, la regla de Miner aparece como método de cálculo a fatiga bajo cargas de amplitud variable en la mayor parte de las normas del mundo. La popularidad que mantiene todavía en la actualidad se debe principalmente a su sencillez.

La utilización de modelos probabilísticos para el ajuste del campo S-N, obligada por la gran dispersión que se obtiene en los resultados de los ensayos de fatiga, indica que el número de Miner también debe interpretarse estadísticamente (figura 3).

Por otro lado, el modelo de Castillo et al., además de permitir una modelización estadística del campo S-N, presenta la ventaja de que permite establecer los fundamentos para un modelo de acumulación de daño basado en el mantenimiento de la probabilidad de rotura [1]. Conocido el número de ciclos correspondientes a un determinado nivel $\Delta\sigma_i$, y teniendo en cuenta que el

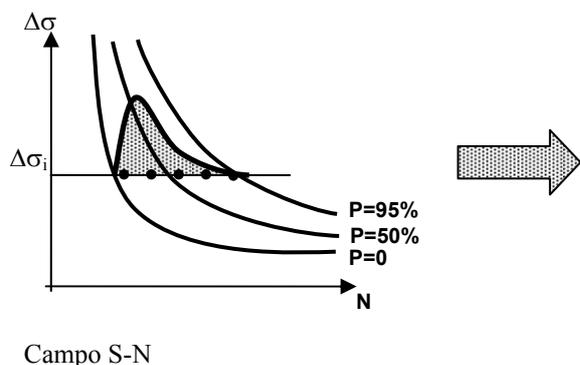


Fig. 3 Interpretación estadística de la regla de Miner

modelo relaciona todos los niveles de tensión del campo S-N, se puede realizar la conversión desde un nivel $\Delta\sigma_i$ a otro $\Delta\sigma_j$ (figura 3), aplicando la igualdad:

$$(\log N_i - B) (\log \Delta\sigma_i - C) = (\log N_j - B) (\log \Delta\sigma_j - C) \tag{13}$$

Dado que la ecuación (13) se deduce a partir del campo S-N, en el que el eje de abscisas se representa el número de ciclos transcurridos hasta la rotura, la ecuación (13) se puede interpretar como la equivalencia entre el número de ciclos N_i y el N_j que sería necesario aplicar a dos niveles de tensión $\Delta\sigma_i$ y $\Delta\sigma_j$, respectivamente, para obtener la misma probabilidad de rotura (figura 4). Es decir, el número de ciclos transcurrido en cada uno de los niveles de tensión se pueden convertir a un determinado nivel de referencia, para a continuación proceder al cálculo a fatiga como si de fatiga de amplitud constante se tratara.

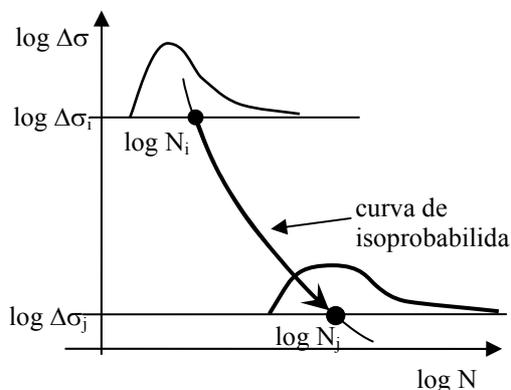


Fig. 4 Conversión isoprobabilista entre los niveles $\Delta\sigma_i$ y $\Delta\sigma_j$ aplicando el modelo de Castillo et al.

Por otro lado, la mayor parte de los modelos de acumulación de daño son válidos únicamente para tensiones de amplitud variable de banda estrecha (monofrecuenciales). En el caso de historias de tensiones de banda ancha se han desarrollado métodos que permiten obtener un espectro de tensiones de banda estrecha equivalente a la historia original de banda ancha, es decir, que produce el mismo daño a fatiga.

A este proceso de conversión de una historia de tensiones de banda ancha en un espectro de banda

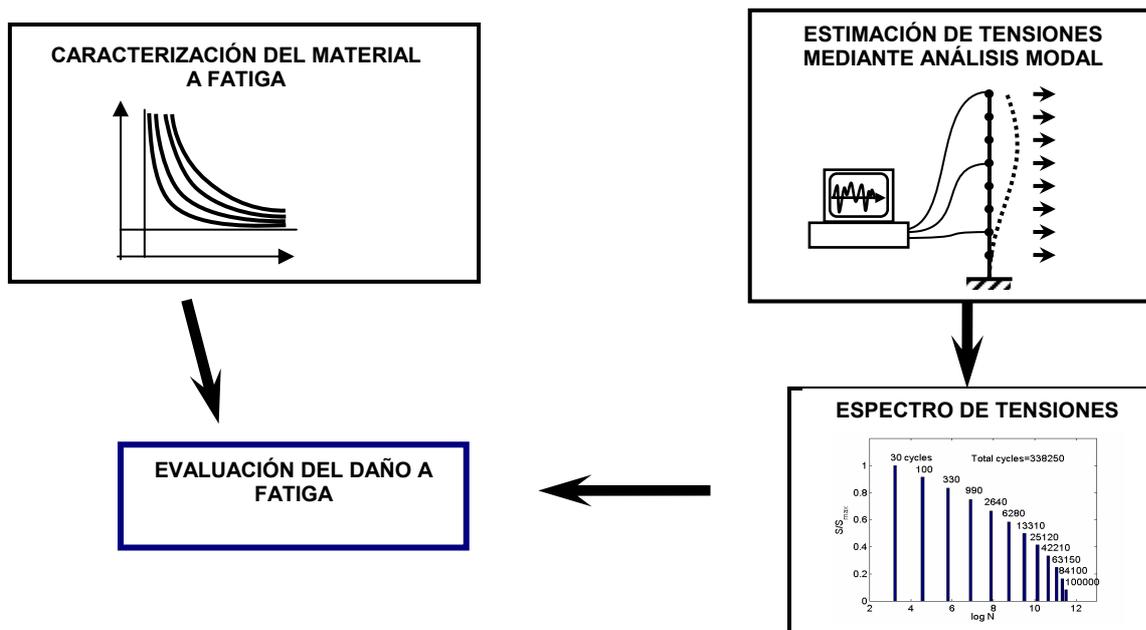


Fig. 5 Metodología de evaluación del daño a fatiga utilizando análisis modal.

estrecha equivalente, se le conoce como conteo de ciclos. Los métodos más conocidos de conteo de ciclos son el método de la "pagoda" (Rainflow) y el método del depósito, también conocido como método de la "alberca".

La metodología propuesta para el cálculo a fatiga se muestra esquemáticamente en la figura 5.

6. CONCLUSIONES

Se ha presentado una metodología que permite mejorar la fiabilidad en el cálculo a fatiga. Para ello, las tensiones en cada punto de la estructura se determinan combinando un modelo de elementos finitos con análisis modal.

Una vez calibrado el modelo de elementos finitos, la metodología se puede aplicar en tiempo real.

La metodología puede ser muy útil para estimar la vida a fatiga remanente de estructuras en servicio.

7. AGRADECIMIENTOS

Los autores agradecen la financiación económica recibida de la CICYT a través del proyecto de investigación BIA2005-07802-C02-02 y del Ministerio de Educación, Cultura y Deporte a través del programa nacional de ayudas para la movilidad de profesores de universidad e investigadores españoles y extranjeros.

8. REFERENCIAS

[1] M. López Aenlle, "Caracterización a fatiga de materiales compuestos bajo carga aleatoria y carga por bloques". Tesis Doctoral, Universidad de Oviedo, 2000.

[2] R. Brincker, C. Ventura and P. Andersen: *Why Output-Only Modal Testing is a Desirable Tool for a Wide Range of Practical Applications*. In Proc. Of the International Modal Analysis Conference (IMAC) XXI, paper 265, February, 2003

[3] H. P. Hjelm, R. Brincker, J. Graugaard-Jensen, K. Munch. *Determination of Stress Histories in Structures by Natural Input Modal Analysis*. In Proc. Of the International Modal Analysis Conference (IMAC) XXI, Orlando (USA), February (2005), session 27, paper 4.

[4] E. Castillo, A. Fernández Canteli, V. Esslinger, B.Thürlimann. *Statistical Model for Fatigue Analysis of Wires, Strands and Cables*. IABSE Proceedings P-82/85, 1985.

[5] R. Brincker and P. Andersen. *A Way of Getting Scaled Mode Shapes in Output Only Modal Analysis*. In Proc. Of the International Modal Analysis Conference (IMAC) XXI, paper 141, February 2003.

[6] M. López Aenlle, R. Brincker, A. Fernández Canteli. *Some Methods to Determine Scaled Mode Shapes in Natural Input Modal Analysis*. In Proc. Of the International Modal Analysis Conference (IMAC) XXIII, paper, February 2005.

[7] Brincker, R., Zhang, L. and Andersen, P., *Modal identification of output-only systems using frequency domain decomposition*, Smart Materials and Structures 10 (2001) pp. 441–445, 2001

[8] Fernández Canteli A., *Statistical Interpretation of the Miner-number Using an Index of Probability of Total Damage*, IABSE Colloquium, Lausanne, (1982).

ESPECIFICACIONES Y DISPERSIÓN DE RESULTADOS EN EL ENSAYO FIP DE CORROSIÓN BAJO TENSIÓN

A. Valiente

Departamento de Ciencia de Materiales, E. T. S. de Ingenieros de Caminos, Canales y Puertos,
Universidad Politécnica de Madrid, Ciudad Universitaria s/n, 28040 Madrid, España.

Resumen. La función que desempeña el acero de pretensado como material de construcción requiere un equilibrio de prestaciones que sólo un cuidadoso proceso de fabricación permite alcanzar. Entre las características determinantes de estas prestaciones está la sensibilidad a la corrosión bajo tensión, que en Europa se valora a través del ensayo normalizado por la Federación Internacional del Hormigón (ensayo FIP). Los criterios de aceptación o rechazo de un producto dado emplean la mediana y el mínimo de una muestra de ensayos, reconociendo con ello la naturaleza probabilística del fenómeno pero sin identificar su origen. Esto introduce un factor de aleatoriedad no controlado en el resultado de aplicar los criterios, con la consiguiente inseguridad para el fabricante. La contribución de este trabajo es un estudio cuantitativo del factor de aleatoriedad implícito en las especificaciones FIP. La hipótesis de partida, contrastada con una de las mayores series de datos experimentales publicadas, es que la magnitud medida en el ensayo FIP (tiempo de rotura) sigue una distribución probabilística de Weibull con valor umbral. A partir de esta hipótesis se establecen la distribución probabilística conjunta de la mediana y el mínimo muestrales empleados en las especificaciones y se valoran las posibilidades de aceptación o rechazo.

Abstract. Prestressing steel is a construction material whose balanced performance to work as essential part of prestressed concrete is only achieved after a careful manufacturing process. A determinant factor of such a performance, the stress corrosion sensibility, is usually assessed by means of the standardized test developed by the International Prestressing Federation (FIP test). The acceptance or rejection criteria are based on both the median and minimum of a sample of test results, then a probabilistic nature of unspecified origin being implicitly attributed to the phenomenon. This involves a random influence factor on the result of applying the criteria and the consequent uncertainty for the manufacturers. This work quantitatively examines the random influence factor by assuming a truncated Weibull probabilistic distribution of the variable measured in the FIP test (time to failure), in accordance with a large series of relevant experimental data ever reported. The joint probabilistic distribution of the sample median and minimum are determined from this assumption and used in the subsequent assessment.

1. INTRODUCCIÓN

El acero de pretensar es un material de construcción singular. Desde que a principios del siglo XX se demostrara que el hormigón y el acero, éste comprimiendo a aquel y el primero traccionando al segundo, se prestaban a una combinación simbiótica capaz de producir un material resistente a tracción, compresión y fatiga [1], los fabricantes de acero han buscado el producto ideal para acompañar al hormigón en el hormigón pretensado, es decir, un acero de alta resistencia con ductilidad, perdurabilidad frente a la fatiga, baja relajación y durabilidad.

El acero eutectoide trefilado es el material que satisface con mayor aproximación estos requisitos. Los fabricantes de este producto han sabido emplear la experiencia adquirida para mejorar empíricamente sus procedimientos de fabricación y conseguir un ajustado equilibrio de propiedades, si bien difícilmente controlable pese a los esfuerzos realizados.

La sensibilidad del acero eutectoide trefilado a la corrosión bajo tensión es una de los factores que más contribuye a dificultar la fabricación de un acero de pretensar óptimo. Las tensiones permanentes de tracción, inherentes a la función de las armaduras activas en el hormigón pretensado, y la sensibilidad alta a la corrosión bajo ten-

sión son dos de las tres condiciones requeridas para que este fenómeno amenace seriamente la durabilidad y la seguridad estructural. La tercera condición es la agresividad del entorno, y en el caso de las armaduras activas la proporcionan los medios acuosos con productos disueltos que el medio ambiente o el propio hormigón pueden generar sin mediar circunstancias excepcionales [2, 3].

Hasta 1978 no se desarrollaron métodos de ensayo para estimar la sensibilidad de una armadura activa a la corrosión bajo tensión, lo cual dio lugar a que con anterioridad se comercializasen armaduras de baja durabilidad que fallaron inesperadamente, en algunos casos al poco tiempo de entrar en servicio y en otros incluso durante el montaje. Hoy tanto la normativa española [4], como la europea [5] e internacional [6] contemplan el fenómeno como un riesgo para la durabilidad e imponen y/o recomiendan medidas precautorias para evitarlo.

2. EL ENSAYO FIP

El ensayo FIP está recogido en las normas ISO 15630-3 [6] y UNE 36464 [7] y fue diseñado por la Federación Internacional del Hormigón (FIB) como método de estimar la sensibilidad a la corrosión bajo tensión del acero de pretensar. El medio agresivo empleado es el tiociana-

to amónico (NH_4SCN) y el mecanismo de daño dominante es la fragilización por hidrógeno. El ensayo consiste en someter simultáneamente la probeta de acero de pretensar a la acción del medio agresivo y a carga mecánica, generando un estado uniforme de tracción simple de valor igual al 80% de la resistencia a tracción del acero. El medio agresivo es una solución acuosa a 50°C con el 20% en peso de tiocianato amónico y el 80% restante de agua. La carga de tracción y la temperatura de la solución se mantienen constantes durante el ensayo, midiéndose el tiempo que la probeta tarda en romper y registrándose como resultado del ensayo.

El dispositivo de carga empleado habitualmente en la ejecución del ensayo es una palanca de gran robustez, cuyo fulcro forma parte de un bastidor igualmente robusto. Los extremos de la probeta se anclan mediante articulaciones a un extremo de la palanca y al bastidor, respectivamente. Del otro extremo de la palanca se cuelgan pesas hasta que la carga de tracción de la probeta alcanza el valor deseado. La probeta se coloca en la palanca atravesando por las bases una célula cilíndrica cerrada de doble pared que es inerte frente a la solución corrosiva y cuyos orificios de paso se sellan hasta conseguir la estanqueidad. La célula está provista de un acceso al recinto limitado por la pared interior y de dos accesos al recinto comprendido entre las dos paredes. El recinto interior se llena de solución y el exterior se conecta a un circuito cerrado de agua caliente impulsada por una bomba y calentada en un baño termostático mediante el cual la temperatura de la solución se mantiene a $50 \pm 1^\circ\text{C}$ durante todo el ensayo. La longitud de probeta expuesta a la solución no debe ser inferior a 20 cm, y el diámetro del recinto que contiene la solución es función del de la probeta. El tiempo de rotura se registra con un cronómetro que se activa manualmente al comienzo del ensayo y se detiene automáticamente al romper la probeta, accionado por la caída de la palanca. La figura 1 muestra la realización de un ensayo de corrosión bajo tensión con un alambre de acero de pretensar.

La aceptación de un producto como acero de pretensar resistente a la corrosión bajo tensión requiere la realización del ensayo FIP un número de veces no inferior a seis [5, 6], la determinación de dos estadísticos para la muestra de tiempos de rotura medidos, y la superación de valores umbral por parte de los resultados. La normativa española vigente [5] emplea el mínimo y la media muestrales y adopta como umbrales respectivos 1,5 y 4 horas para alambres y cordones, 60 y 250 horas para barras de diámetro entre 16 y 25 mm, y 100 y 400 horas para barras de diámetro superior a 25 mm. La normativa europea [8] establece en 20 horas el valor umbral del mínimo muestral para barras de 15 mm de diámetro, eleva a 2 horas el de alambres y el de cordones con alambres de diámetro superior a 3,2 mm, y sustituye la media por la mediana muestral, aumentando a 5 horas el umbral para alambres y cordones, y fijando en 20 horas el de las ba-

rras de 15 mm de diámetro.



Fig.1.- Ensayo FIP de corrosión bajo tensión.

3. EFECTOS DEL CRITERIO DE ACEPTACIÓN

En el proceso de corrosión bajo tensión con fragilización por hidrógeno del ensayo FIP intervienen de modo determinante factores de naturaleza esencialmente aleatoria como los defectos superficiales del acero [9] y las tensiones residuales [10], surgidos en las distintas fases de fabricación del acero de pretensado, e incluso presentes en el acero empleado como materia prima. De ahí que para un acero dado, tanto el tiempo de rotura medido en el ensayo FIP como el resultado de aplicar los criterios normativos de aceptación o rechazo sean variables aleatorias, cuyas distribuciones probabilísticas están biunívocamente relacionadas.

En el caso de la normativa europea de alambres [8], la aceptación con muestras de tamaño mínimo (seis ensayos) requiere que los seis tiempos de rotura por una parte y los tres más altos por otra superen respectivamente valores umbrales \bar{U} y u de 2 y 5 horas. Esto equivale a que los estadísticos de orden de la muestra primero y cuarto, $T_{1:6}$ y $T_{4:6}$ (los tiempos de rotura que ocupan tales lugares cuando los seis que componen la muestra se ordenan de menor a mayor), superen los umbrales \bar{U} y u , respectivamente. La función de probabilidad conjunta de estos dos estadísticos está determinada por la función de probabilidad $P(t)$ del tiempo de rotura T o por su complementaria $\bar{P}(t)$:

$$P(t)=Pr[T \leq t] \quad \bar{P}(t)=1-P(t)=Pr[T > t] \quad (1)$$

$$P(\infty)=1=\bar{P}(0) \quad P(0)=0=\bar{P}(\infty) \quad (2)$$

La relación entre ambas funciones se determina con facilidad contemplando la aplicación del criterio de aceptación a una serie de seis ensayos como un experimento aleatorio con tres resultados posibles y excluyentes, pero no igualmente probables, que se repite 6 veces (Fig. 2).

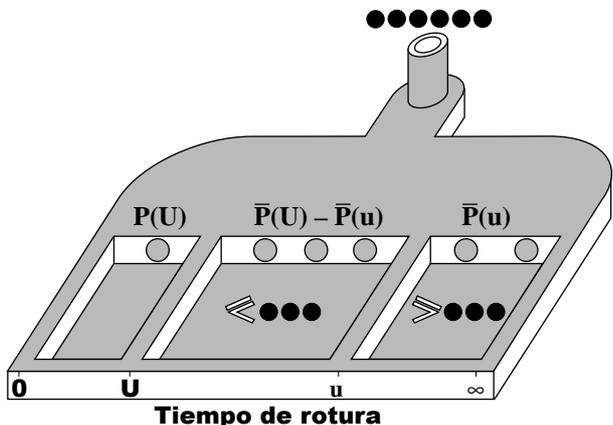


Fig.2.– Descripción del criterio de aceptación del acero de pretensado en términos probabilísticos.

El experimento es el ensayo FIP y los tres resultados posibles son que el tiempo de rotura sea inferior al umbral de aceptación U , superior al umbral de aceptación u , o esté comprendido entre ambos. Las probabilidades respectivas de estos tres resultados son $\bar{P}(U)$, $\bar{P}(u)$ y la diferencia de la unidad con la suma de las dos anteriores $\bar{P}(U) - \bar{P}(u)$. La aceptación del acero requiere que ninguno de los seis tiempos de rotura sea del primer tipo y que al menos tres sean del segundo, luego podrá haber entre ninguno y tres del tercer tipo. Las distintas combinaciones de repeticiones de cada resultado posible en los seis ensayos constituyen resultados particulares de la distribución trinomial, de cuya función de probabilidad [11] se deduce directamente la probabilidad de aceptación p de un acero de pretensado con los resultados de seis ensayos FIP:

$$p = Pr[T_{1:6} > U, T_{4:6} > u]$$

$$= \sum_{i=3}^{i=6} \frac{6!}{0!(6-i)!i!} P^0(U) [\bar{P}(U) - \bar{P}(u)]^{6-i} \bar{P}^i(u) \quad (3)$$

$$= \bar{P}^3(u) \times [20\bar{P}^3(U) - 45\bar{P}^2(U)\bar{P}(u) + 36\bar{P}(U)\bar{P}^2(u) - 10\bar{P}^3(u)]$$

Este resultado proporciona la probabilidad de aceptación de un acero dado en términos de la función de probabilidad del tiempo de rotura del acero en el ensayo FIP, esto es, de la distribución probabilística que se obtendría realizando con el acero un número de ensayos indefinidamente grande. Recíprocamente, la igualdad (3) permite determinar el valor del umbral U para valores dados de la probabilidad de aceptación p y del umbral u . La ecuación

que resulta en $\bar{P}(U)$ es cúbica y tiene solución explícita:

$$\bar{P}(U) = \bar{P}(u) \times \left(\frac{\frac{3}{4} + \sqrt[3]{8p\bar{P}^{-6}(u) - 1 + \sqrt{[8p\bar{P}^{-6}(u) - 1]^2 + 5,4}}}{4\sqrt[3]{5}}}{3\sqrt[3]{5}} - \frac{20\sqrt[3]{8p\bar{P}^{-6}(u) - 1 + \sqrt{[8p\bar{P}^{-6}(u) - 1]^2 + 5,4}}}{4\sqrt[3]{5}} \right) \quad (4)$$

La función de probabilidad dada por (3) se reduce a la del estadístico $T_{4:6}$ cuando $U = 0$:

$$Pr[T_{1:6} > 0, T_{4:6} > u] = Pr[T_{4:6} > u] \quad (5)$$

$$= 20\bar{P}^3(u) - 45\bar{P}^4(u) + 36\bar{P}^5(u) - 10\bar{P}^6(u)$$

y a la del estadístico $T_{1:6}$ cuando $U = u$:

$$Pr[T_{1:6} > U, T_{4:6} > U] = Pr[T_{1:6} > U] = \bar{P}^6(U) \quad (6)$$

La valoración cuantitativa de estos resultados requiere conocer el tipo de distribución probabilística que sigue el tiempo de rotura para los alambres de pretensado, es decir, la estructura de la función $\bar{P}(t)$. No obstante, se puede extraer una primera conclusión válida para cualquier distribución probabilística del tiempo de rotura cuando los umbrales de aceptación U y u coinciden respectivamente con el valor mínimo Θ y la mediana (o percentil 50) θ del tiempo de rotura. En una serie ideal de ensayos indefinidamente extensa, el mínimo y la mediana muestral coincidirían con los de la población, es decir, con Θ y θ , y consecuentemente la serie siempre satisfaría el criterio de aceptación. Sin embargo, dado que

$$U = \Theta \Rightarrow \bar{P}(U) = \bar{P}(\Theta) = Pr[T > \Theta] = 1$$

$$u = \theta \Rightarrow \bar{P}(u) = \bar{P}(\theta) = Pr[T > \theta] = 0,5 \quad (7)$$

la probabilidad de aceptación para una serie de seis ensayos según la ecuación (3) es:

$$Pr[T_{1:6} > \Theta, T_{4:6} > \theta] \quad (8)$$

$$= 0,5^3 [20 - 45 \cdot 0,5 + 36 \cdot 0,5^2 - 10 \cdot 0,5^2] = \frac{21}{32}$$

luego sólo el 66% de las series satisfarían el criterio de aceptación.

4. DISPERSIÓN DE RESULTADOS DE ENSAYO

La dispersión del tiempo de rotura de alambres de pretensado en el ensayo FIP ha sido estudiada con anterioridad desde el punto de vista probabilístico [12], llegándose a la conclusión de que la distribución gaussiana describe con buena aproximación la función de probabilidad del tiempo de rotura, aunque con desviaciones apreciables en las regiones extremas (tiempos de rotura muy bajos y muy altos).

La distribución gaussiana contiene dos parámetros de ajuste, pero no contempla la posibilidad de existencia de

un valor umbral Θ del tiempo de rotura, es decir, un límite inferior de la duración del ensayo. Esta característica de la distribución gaussiana podría explicar la desviación observada en la región de bajos tiempos de rotura, pero sobre todo es una seria limitación para su uso como modelo teórico, ante la importancia que la existencia de una duración umbral adquiere, en virtud del criterio de aceptación.

Debido a ello, se ha utilizado la serie de tiempos de rotura más amplia (152 ensayos) y más controlada de la referencia [12] para explorar otras distribuciones probabilísticas, en particular la distribución de Weibull truncada con umbral Θ , mediana θ y parámetro de forma m :

$$\Pr[T \leq t] = P(t) = \begin{cases} 0 & t \leq \Theta \\ 1 - 2^{-\left(\frac{t-\Theta}{\theta-\Theta}\right)^m} & t \geq \Theta \end{cases} \quad (9)$$

Estas tres constantes sustituyen a la media y a la desviación típica de la distribución gaussiana como parámetros a estimar a partir de las parejas de valores experimentales t_i y p_i (tiempo de rotura y probabilidad) disponibles, determinando esta última mediante fórmulas del tipo [13]:

$$p_i = \frac{i-0,3}{n+0,4} \quad (10)$$

donde i es el lugar que ocupa t_i entre las n medidas del tiempo de rotura ordenadas de menor a mayor. Para un valor dado del umbral de la distribución de Weibull puede aplicarse el mismo método de estimación con ella que con la de Gauss, consistente en formular la función de probabilidad como una relación lineal entre sendas funciones de los valores t de la variable aleatoria y p de la probabilidad, ajustar seguidamente los dos coeficientes de dicha relación por mínimos cuadrados, y por último emplear los valores resultantes para determinar los parámetros de la distribución. Cuando no se conoce el valor umbral se puede proceder por tanteos hasta optimizar la estimación [14]. En este trabajo, el criterio de optimización seguido ha sido el de maximizar el coeficiente de correlación de la regresión lineal, habiéndose obtenido los resultados que recoge la tabla 1.

Los ensayos de la referencia [12] empleados en los ajustes de la tabla 1 corresponden al alambre central de un cordón de 7 alambres de 1770 MPa de resistencia a tracción. Todas las probetas fueron suministradas por el mismo fabricante y ensayadas en el laboratorio del Metal Research Institute TNO, sin interrumpir ningún ensayo. Los ensayos de los aceros *TnE* y *TyE* corresponden respectivamente a los estados de un mismo alambre de pretensar de 5, 2 mm de diámetro anterior y posterior al tratamiento termomecánico final de estabilizado para eliminación de tensiones residuales. Estos ensayos han sido realizados en el transcurso de una investigación dirigida por el autor de este trabajo para Calidad Siderúrgica.

Tabla 1.- Ajuste de la función de probabilidad del tiempo de rotura.

ACERO	Número de ensayos	Tipo de distribución	Umbral Θ	Mediana θ	Parámetro de forma m	Coefficiente de correlación
Ref [12]	152	Gauss	0	5,0 h	-	0,982
		Weibull	0	4,8 h	2,44	0,988
			0,8 h	4,7 h	1,83	0,998
<i>TnE</i>	14	Gauss	0	1,9 h	-	0,969
		Weibull	1,3 h	1,8 h	1,19	0,980
<i>TyE</i>	17	Gauss	0	3,6 h	-	0,931
		Weibull	2,1 h	3,3 h	1,49	0,983

El elevado número de ensayos presentados en la referencia [12] permite comparar solventemente la bondad de las distribuciones de Gauss y de Weibull para describir cuantitativamente la dispersión de resultados del ensayo FIP. Los coeficientes de correlación de la tabla 1 indican que la distribución de Weibull sin umbral se ajusta ligeramente mejor a los valores experimentales que la distribución de Gauss, y que este ajuste mejora considerablemente cuando se añade el umbral como tercer parámetro de ajuste.

El ajuste de esta distribución a los aceros *TnE* y *TyE* con optimización del umbral según el criterio indicado es de menor calidad, como cabía esperar dada la diferencia del número de ensayos, pero aún así es alta y superior a la de la distribución de Gauss.

5. DISCUSIÓN

Los resultados obtenidos en el apartado anterior ponen de manifiesto las posibilidades de la distribución de Weibull truncada para describir cuantitativamente la función de probabilidad del tiempo de rotura del ensayo FIP, con valores del parámetro de forma que oscilan entre 1 y 2. El análisis iniciado en el apartado 3 sobre las implicaciones del criterio de aceptación puede completarse y profundizarse sobre la base de extender la validez de la distribución de Weibull a otros aceros de pretensado y de adoptar el parámetro de forma 1,5 como valor promedio. En efecto, para un acero dado de umbral Θ y mediana θ , las probabilidades $\bar{P}(U)$ y $\bar{P}(u)$ correspondientes a los umbrales de aceptación U y u vienen dadas por la ecuación (6) con $m = 1,5$

$$\bar{P}(U) = \begin{cases} 1 & U \leq \Theta \\ 2^{-\left(\frac{U-\Theta}{\theta-\Theta}\right)^{3/2}} & U \geq \Theta \end{cases} \quad (11)$$

$$\bar{P}(u) = \begin{cases} 1 & u \leq \Theta \\ 2^{-\left(\frac{u-\Theta}{\theta-\Theta}\right)^{3/2}} & u \geq \Theta \end{cases} \quad (12)$$

y pueden ser sustituidas en la ecuación (3) para obtener

la probabilidad de aceptación p en función de Θ y θ :

$$p = 20 \cdot 2^{-3\left(\frac{U-\theta}{\theta-\theta}\right)^{3/2}} - 3\left(\frac{u-\theta}{\theta-\theta}\right)^{3/2} - 45 \cdot 2^{-2\left(\frac{U-\theta}{\theta-\theta}\right)^{3/2} - 4\left(\frac{u-\theta}{\theta-\theta}\right)^{3/2}} + 36 \cdot 2^{-\left(\frac{U-\theta}{\theta-\theta}\right)^{3/2} - 5\left(\frac{u-\theta}{\theta-\theta}\right)^{3/2}} - 10 \cdot 2^{-6\left(\frac{U-\theta}{\theta-\theta}\right)^{3/2}} \quad (\Theta \leq U) \quad (13)$$

$$p = 20 \cdot 2^{-3\left(\frac{U-\theta}{\theta-\theta}\right)^{3/2}} - 45 \cdot 2^{-4\left(\frac{u-\theta}{\theta-\theta}\right)^{3/2}} + 36 \cdot 2^{-5\left(\frac{u-\theta}{\theta-\theta}\right)^{3/2}} - 10 \cdot 2^{-6\left(\frac{u-\theta}{\theta-\theta}\right)^{3/2}} \quad (U \leq \Theta \leq u) \quad (14)$$

$$p = 1 \quad (\Theta \geq u) \quad (15)$$

Esto permite construir un diagrama cartesiano de aceros de pretensado en las variables $\Theta-\theta$ para dibujar las curvas correspondientes a las familias de aceros con igual probabilidad de aceptación. En la región del diagrama determinada por la condición $\Theta \geq u$ están los aceros que superan los dos umbrales de aceptación en cualquier ensayo FIP, y consecuentemente cumplen los criterios de aceptación sea cual sea el número de ensayos de la serie a la que se apliquen los criterios. En la figura 3 puede verse la región $\Theta \geq U$ y $\theta \geq u$, donde se encuentran los aceros que superan con certeza los umbrales de aceptación si el número de ensayos es indefinidamente grande, El resto del diagrama representa los aceros que serían rechazados con certeza en series de ese tipo por no superar el umbral de aceptación respectivo, bien el mínimo de la serie ($\Theta < U$), bien la mediana de la serie ($\theta < u$), o bien ambos.

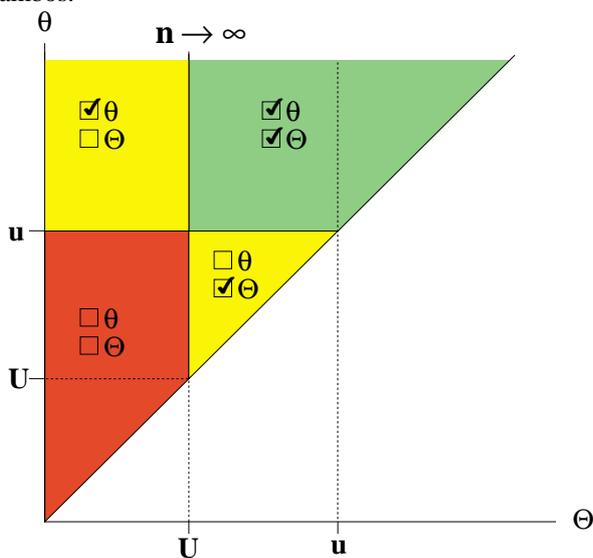


Fig.3.- Diagrama de aceptación o rechazo del acero de pretensado para gran número de ensayos FIP.

En el caso los aceros con $U \leq \Theta \leq u$, las curvas de igual probabilidad de aceptación para series de seis ensayos se transforman en rectas del haz con vértice en (u, u) , de acuerdo con la ecuación (14). En la figura 4 se han dibujado estas curvas para los percentiles 10, 30, 50, 70, 90, 98 y 99 de la probabilidad de aceptación, y para el valor 2,5 adoptado por la normativa europea [8] para el cociente u/U entre los umbrales. La curva que pasa por el punto (U, u) corresponde a la probabilidad de aceptación de $21/32$ (65,6%) en virtud de la ecuación (3),

toda vez que $\bar{P}(U) = 1$ y $\bar{P}(u) = 1/2$ cuando los umbrales de aceptación U y u coinciden respectivamente con el umbral Θ y la mediana θ del acero. Este dato es independiente del tipo de distribución que describe la dispersión del tiempo de rotura, y unido a la posición que ocupan las curvas respecto a las zonas de aceptación y rechazo para series de gran número de ensayos, pone de manifiesto que sólo entre los aceros que cumplen los criterios de aceptación más de 65 veces de cada 100 en series de seis ensayos, es posible encontrar alguno que las cumpla en series de gran número de ensayos.

Otra circunstancia que revela la figura 4 es que los aceros con igual probabilidad de aceptación en series de seis ensayos, cuando esta supera el 65%, quedan divididos en dos grupos según que el umbral Θ del acero sea mayor o menor que el umbral de aceptación U : si los criterios de aceptación se aplican a series de gran número de ensayos los primeros las cumplirían y serían aceptados, pero los segundos serían rechazados por incumplirlas. Las series de seis ensayos no permiten discriminar entre estos dos grupos de aceros.

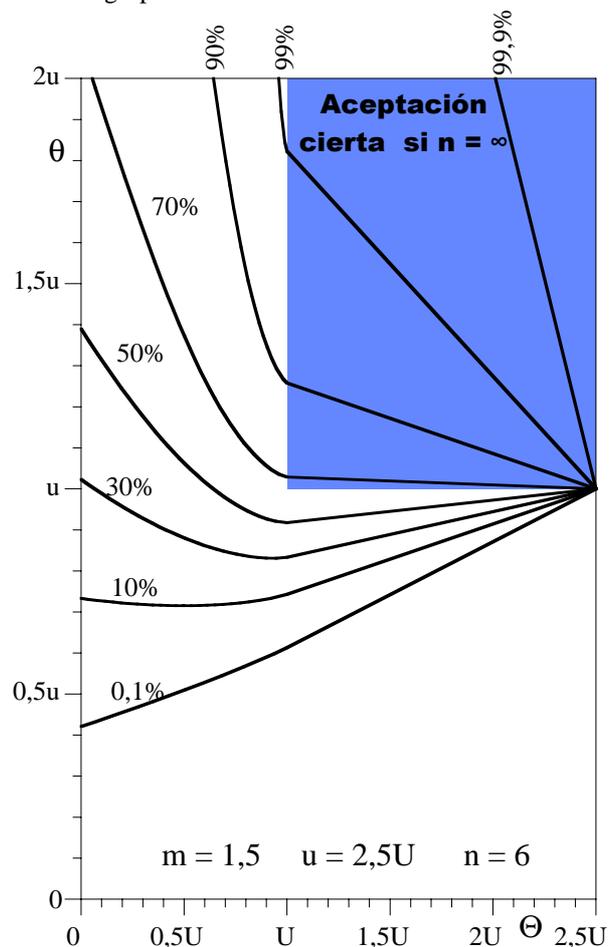


Fig.4.- Familias de aceros de pretensado con igual probabilidad de aceptación.

Por otra parte, la rama descendente que exhiben las curvas en el intervalo $0 \leq \Theta \leq U$ se hace más abrupta cuanto mayor es el valor de la probabilidad de aceptación.

Esto significa que pequeñas reducciones del umbral Θ del acero deben compensarse con fuertes incrementos de la mediana θ para mantener la probabilidad de aceptación, siendo la desproporción mayor a medida que lo es la probabilidad. Por tanto, para incrementar esta probabilidad en aceros con umbral inferior al de aceptación, serían más efectivas las medidas de mejora dirigidas a elevar el umbral del acero que su mediana.

6. CONCLUSIONES

El análisis estadístico realizado con datos experimentales de distinta procedencia indica que la distribución de Weibull truncada describe con mayor fidelidad que la distribución gaussiana la dispersión que presenta el tiempo de rotura del ensayo FIP en aceros de pretensado. La consecuencia más importante de esta observación es la existencia de un valor umbral del tiempo de rotura para cada acero, de manera que la duración de los ensayos FIP del acero podría aproximarse indefinidamente al valor umbral, pero siendo siempre superior.

La distribución de Weibull truncada permite atribuir un nuevo significado a los dos umbrales de aceptación mediante los cuales la normativa limita la sensibilidad del acero de pretensado a la corrosión bajo tensión. La media o la mediana muestrales coinciden con las de la población cuando el tamaño de la muestra crece indefinidamente, y por tanto cualquier limitación impuesta a las primeras puede considerarse una aproximación de orden práctico para imponer la misma limitación a las segundas. Sin embargo, esto no sucede con el umbral de aceptación del mínimo muestral a menos que la variable aleatoria a su vez tenga un valor umbral, con probabilidad nula de adoptar valores inferiores. En ese caso el mínimo muestral coincide con el valor umbral del acero para muestras de tamaño indefinidamente grande, pero en caso contrario no se identifica con ninguna característica poblacional. El significado así adquirido es especialmente importante para un criterio de aceptación basado en una propiedad del material que no interviene directamente en diseño.

Los significados atribuidos a los umbrales de aceptación proporcionan una referencia comparativa para valorar en términos probabilísticos el criterio de aceptación cuando se aplica sobre muestras de seis ensayos. Los valores de la probabilidad de aceptación obtenidos ponen de relieve una disparidad significativa entre los resultados de aplicar el criterio a muestras de tamaño o a muestras idealmente grandes. Aceros que en el segundo caso serían rechazados siempre pueden llegar a contar con una posibilidad de aceptación del 65% en el primer caso.

AGRADECIMIENTOS

Este trabajo es parte del proyecto de investigación *Durabilidad de armaduras activas en estructuras de hormigón pretensado*, financiado por el Ministerio de Fomento en su convocatoria de 2003. El autor agradece a D. Luis del Pozo su generosa colaboración y a CALIDAD SIDERURGICA las facilidades dadas para la utilización pública de resultados de ensayos.

migón pretensado, financiado por el Ministerio de Fomento en su convocatoria de 2003. El autor agradece a D. Luis del Pozo su generosa colaboración y a CALIDAD SIDERURGICA las facilidades dadas para la utilización pública de resultados de ensayos.

REFERENCIAS

- [1] Leonhardt, F "Hormigón Pretensado" Instituto de Ciencias de la Construcción Eduardo Torroja, Madrid (1977).
- [2] Elices, M. "Problemas de corrosión bajo tensión en el hormigón pretensado" Revista Iberoamericana de Corrosión y Protección, **14**, 21-33 (1983).
- [3] Elices, M. "Patología y terapéutica de las armaduras activas en el hormigón pretensado" Informes de la Construcción, **396**, 1-18 (1988).
- [4] Comisión Permanente del Hormigón "Instrucción de Hormigón Estructural (EHE): art. 37.4.1" Ministerio de Fomento (1998).
- [5] Comité Europeo de Normalización "ENV 1992: Proyecto de Estructuras de Hormigón (Eurocódigo 2): art. 3.3.5.3" CEN, Bruselas (1992).
- [6] ISO "Norma ISO 15630-3: Steel for the reinforcement and prestressing of concrete-Test methods" ISO (2002).
- [7] UNE "Norma UNE 36464: Armaduras de hormigón pretensado-Ensayo de fragilización por hidrógeno-Método del tiocianato amónico" AENOR (1986).
- [8] Comité Europeo de Normalización "prEN 10183: Prestressing Steels-Parts 1 to 4" CEN, Bruselas (2005).
- [9] Valiente, A. y Olivares, M. A. "Profundidad de defectos superficiales en aceros de pretensado" Anales de Mecánica de la Fractura, **22**, 203-208 (2005)
- [10] Atienza J.M., Elices M. y Ruiz J. "Influencia de las tensiones residuales en la corrosión bajo tensión de los aceros de pretensado" Hormigón y Acero, **235**, 91-99 (2005).
- [11] Ríos, S. "Métodos estadísticos", Ediciones Del Castillo, Madrid (1977).
- [12] Binnekamp, D. C. y Etienne, C. F. "Statistical evaluation of a large number of stress corrosion tests according to the FIP procedure" en Stress Corrosion of Prestressing Steel (Third Symposium FIP), M. Elices y V. Sánchez Gálvez, ed., El Escorial, Spain (1981).
- [13] ASTM Standard E1921-97 "Determination of Reference Temperature T_0 for Ferritic Steels in the Transition Range" American Society of Testing and Materials, Philadelphia (1997).
- [14] Castillo, E. "Extreme value theory in engineering", Academic Press, (1988).

INFLUENCIA DE LA IRRADIACIÓN NEUTRÓNICA EN LOS ACEROS UTILIZADOS EN LA TECNOLOGÍA NUCLEAR

A. Jambrina, J. Toribio

Ingeniería de Materiales, Universidad de Salamanca
E.P.S, Campus Viriato, Avda. Requejo 33, 49022-Zamora, España.
Correo-e: toribio@usal.es
Tfno: 980 54 50 00 Ext. 3673. Fax: 980 54 50 02

Resumen. En este artículo se realiza una exhaustiva revisión bibliográfica del comportamiento frente a fatiga y fractura de los aceros más frecuentemente utilizados (normalmente aceros inoxidable austeníticos) en la tecnología nuclear, bien de fusión o de fisión. En particular, se analizan parámetros críticos de fractura como K_{IC} en función de la dosis de irradiación, así como la resistencia a la fisuración por fatiga en función de dicha dosis.

Abstract. In this paper a wide bibliographic revision of fatigue and fracture behaviour of most frequently used steels in, both fusion and fission nuclear technology has been made. Particularly, critical parameters of fracture, such as K_{IC} , and fatigue cracking behaviour as a function of irradiation dose has been analyzed.

ÁREAS TEMÁTICAS PROPUESTAS: Fatiga e Interacción con el Medio Ambiente.

PALABRAS CLAVE: Tecnología nuclear, fatiga y fractura, irradiación neutrónica.

1. INTRODUCCIÓN.

Los aceros inoxidable austeníticos se han usado ampliamente en los reactores de fisión atómica, debido a su buen comportamiento frente a un ambiente agresivo como es el agua y que aportan los neutrones que no han sido capturados por el moderador. Este buen comportamiento es quizás uno de los motivos que lo han hecho candidato para constituir los escudos del reactor de fusión atómica del proyecto ITER.

Los aceros austeníticos inoxidable más ampliamente utilizados y, por tanto, objeto de este estudio son: 304L, 316, 316L, 316LN, que, como se verá, tienen la particularidad de que conservan cierta ductilidad a dosis de irradiación altas. El porqué de esta ductilidad a altas dosis de irradiación es uno de los puntos que se tratará en este artículo, junto con las causas de la degradación de las propiedades mecánicas en estos aceros tras ser irradiados.

2. VARIACIONES A ESCALA MICROSCÓPICA.

Cada átomo desplazado por el bombardeo de partículas produce una vacante, y un átomo intersticial conocido como *par de Frenkel*. La producción, migración y agregación, y eliminación de estos pares producen cambios en la microestructura y microquímica, que dependen de la aleación irradiada y del medio de irradiación. La evolución de la microestructura inducida por radiación está controlada por el particionamiento de las vacantes y de los intersticios. Este particionamiento conduce a la formación de

racimos, bucles de Frank y cavidades. Por otra parte, la evolución microquímica está controlada por la migración de las vacantes y de los intersticios hacia los sumideros de defectos, como pueden ser las fronteras de grano, dislocaciones, precipitados y superficies, lo que induce cambios locales en la composición.

2.1 Efectos de la radiación en la microestructura.

Las estructuras no irradiadas de los aceros contienen una baja densidad de dislocaciones [1] pero, una vez irradiados los aceros, los defectos típicos que se pueden apreciar son los bucles de Frank, dislocaciones de red, cavidades y precipitados. También se pueden encontrar los llamados defectos de punto negro, considerados como una especie de cajón de sastre donde se engloban todos los defectos no resueltos por microscopía electrónica, aunque algunos autores [2] opinan que estos defectos son los racimos de vacantes primarios y los bucles intersticiales.

La aparición de estos defectos no sólo depende de la dosis de irradiación, sino también de la temperatura, siendo ésta la que determina el tipo de defectos que aparecen en la red. En el caso de los reactores de fusión y de fisión, pese a no operar a la misma temperatura, los defectos que se generan sí son los mismos. Los defectos mayoritarios que se generan son: los bucles de Frank, las cavidades o huecos, y las dislocaciones de red. Debido a que las dislocaciones de red son unos defectos cuyas interacciones son de largo alcance, se considera que apenas influyen en las propiedades mecánicas del acero, en comparación a cómo lo puedan hacer los otros tipos de defectos [3].

Bucles de dislocaciones.

Estos bucles de dislocaciones son los conocidos generadores de dislocaciones o bucles de Frank. Dichos bucles, en los aceros austeníticos, se encuentran sobre el plano {1 1 1}, plano sobre el cual se deslizan las dislocaciones.

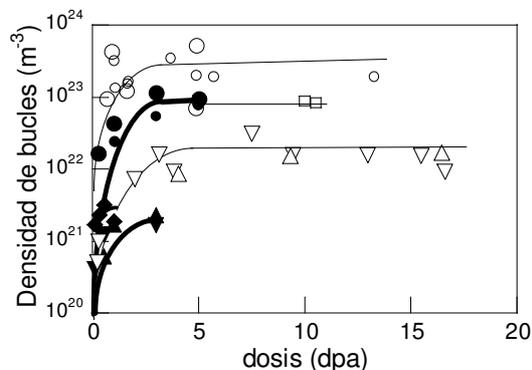


Fig. 1. Variación de la densidad de bucles de fallos con la radiación.

La variación de las densidades de los bucles con la irradiación se muestra en la Fig. 1 en las que se puede apreciar un aumento repentino de la densidad a bajas dosis de irradiación, pero que a dosis mayores (unos 3 dpa aproximadamente) se satura la capacidad de aumento de la densidad con la irradiación.

Huecos.

La dependencia de la densidad de los huecos con la dosis se ve reflejada en la Fig. 2 en las distintas aleaciones estudiadas por Gan y Was [4].

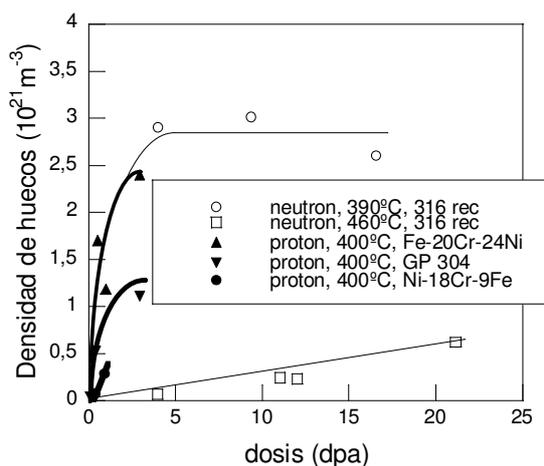


Fig. 2. Variación de la densidad de huecos con la radiación.

La inclusión en la figura de datos de otros aceros ajenos al estudio, es meramente con fines comparativos, para de este modo y verificar la tendencia de aumento y saturación de los huecos.

Como se puede ver en la Fig. 2, la evolución de los microhuecos sigue una tendencia similar a la evolución de los bucles de Frank: un aumento repentino a bajas dosis de irradiación, para irse atenuando su aumento hasta permanecer constante.

El que no se observen huecos en los aceros comerciales 304 y 316, a dosis por encima de 5 dpa, indica la influencia de los componentes minoritarios del acero en la microestructura en condiciones de irradiación. El mayor contenido de Si en los aceros comerciales 304 y 316, elimina los huecos debido a que aumenta la difusividad de las vacantes y reduce la supersaturación de vacantes. Una mayor cantidad de fósforo potencia la nucleación de bucles, aumentando así la fuerza de los sumideros.

2.2 Efectos de la irradiación en la microquímica.

Las irradiaciones complejas y los procesos térmicos controlan la composición en la frontera de grano en los aceros inoxidable austeníticos. La segregación inducida por la irradiación, en adelante SIR, es un proceso de no equilibrio, creado por el flujo de defectos hacia los sumideros. Existen dos importantes interacciones entre defectos que afectan a la SIR: la inversión del efecto Kirkendall y la asociación intersticial. Los dos se producen a la vez, pero uno dominará sobre el otro en función de la composición. En el primer caso, el intercambio de las velocidades de las vacantes con los átomos de soluto durante su migración a los sumideros controlará la SIR. Así las fronteras de grano se enriquecerán en los elementos de baja difusividad y se empobrecerá en los de mayor. En el segundo caso, las interacciones elásticas entre átomos de soluto e intersticios o vacantes controlará la SIR. Los solutos de menos tamaño enriquecerán la frontera de grano a expensas de los solutos de mayor tamaño.

Debido a que las vacantes y los intersticios son producidos como pares de Frenkel, el flujo de cada uno hacia la frontera de grano es similar en magnitud. Las variables de irradiación afectarán al mecanismo de modo similar. La temperatura y el flujo de irradiación son los factores primarios que controlan la SIR.

En la Fig. 3 se muestran los perfiles de concentración de los componentes de los aceros de la serie 300, en la segregación inducida por irradiación. Dicho perfil se debe a la diferencia en las difusividades de los elementos y es válido para bajas dosis de irradiación. Para irradiaciones del orden de los 360 dpa, se ha comprobado que dicho perfil se invierte debido a la formación de precipitados en la frontera de grano [5].

Como se puede ver en la Fig. 3 hay una disminución de Cr en la frontera de grano, pudiendo disminuir por debajo del 13 % con el aumento del flujo de neutrones. A la par de esta disminución del Cr en la frontera de

grano se da el aumento de la concentración de Ni en dicha frontera, debido a que su difusividad es menor. La concentración de Si aumenta en la frontera de grano con la irradiación, pero también se ha observado la precipitación de siliciuros de níquel en los bucles de dislocaciones y superficies de los huecos en los aceros inoxidable a mayores temperaturas y a dosis de irradiación más altas [2].

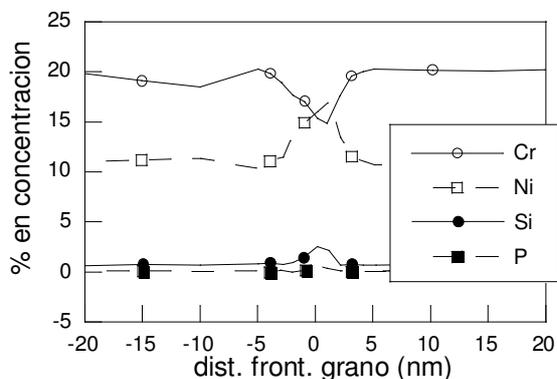


Fig. 3. Variación de la composición en las inmediaciones de la frontera de grano.

3. INFLUENCIA DE LA IRRADIACIÓN EN LOS MODOS DE DEFORMACIÓN.

3.1 Microestructura de deformación y endurecimiento por deformación.

Los aceros 304L y 316L muestran el maclado como mecanismo principal de deformación a dosis inferiores a 1.5 dpa [6]. Las maclas libres de defectos son muy estrechas. Este mecanismo se ha observado para todas las dosis de irradiación, no encontrándose diferencia entre irradiación neutrónica y protónica.

La capacidad de endurecimiento en los aceros se debe a los mecanismos característicos de deformación, como el micromaclado, siendo éste el mecanismo principal de deformación en los aceros irradiados, a lo largo de las dislocaciones. Este mecanismo es el responsable de la excelente ductilidad de los aceros austeníticos irradiados, a temperatura ambiente o por debajo de ésta, aunque la tendencia general en los materiales centrados en las caras es la disminución de la ductilidad con la disminución de la temperatura. En el rango de temperatura de los 200 °C, que es la temperatura de operación de muchos reactores como el ITER, la ductilidad aumenta a medida que baja la temperatura [7].

Además de estas maclas aparecen otros tipo de defectos como pueden ser los bucles de Frank en el plano {1 1 1} y pequeños racimos de defectos [8], que pueden ser bucles de dislocaciones y/o defectos de apilamiento tetraédricos no resueltos por microscopía electrónica; y los canales de dislocaciones, debidos a la combinación

con otras dislocaciones en el mismo plano, lo que “limpia” el canal de defectos. La reducción en el endurecimiento por deformación se atribuye a los bucles de dislocaciones y a estos canales de dislocaciones.

3.2 Microfisuración.

Debido a la fuerte deformación localizada por el maclado en los materiales irradiados, se puede llegar a la fisuración en las fronteras de grano [6, 9], tanto mayores cuanto mayores sean la deformaciones cortantes concentradas en la punta de las maclas.

La fisuración no se observa en el acero 316L, hasta dosis de irradiación de 0.3 dpa. Una deformación de un 11% muestra fisuras intergranulares alrededor de la zona de estricción. A grandes dosis de irradiación las fisuras están presentes incluso a deformaciones tan pequeñas como el 5%. La tendencia a la fisuración se incrementa con el aumento de la dosis.

Las numerosas micromaclas formadas contienen una gran densidad de dislocaciones, que pueden iniciar fisuras en la intersección con las fronteras de grano. El maclado, potenciado por defectos de pequeño tamaño, da como resultado un proceso de formación muy localizado.

4. INFLUENCIA DE LA RADIACIÓN SOBRE LAS PROPIEDADES MECÁNICAS.

La radiación cambia radicalmente las propiedades de los materiales estructurales expuestos a la misma. Para evaluar dichos cambios se procede al estudio de las curvas tensión deformación de los distintos aceros austeníticos objetos del estudio.

La variación de las propiedades de los aceros sometidos a radiación se analizará por medio del estudio de las curvas tensión deformación, de la tenacidad de fractura y de la resistencia a la fatiga, por ser los aspectos más representativos de su comportamiento mecánico.

4.1. Tensión de cedencia.

En la Fig. 4 se muestra el crecimiento de la tensión de cedencia conforme aumenta la dosis de irradiación. Se pueden distinguir dos zonas claras: (i) gran crecimiento de la tensión de cedencia con el aumento de la irradiación, donde se muestra un crecimiento abrupto que dependerá del tipo de acero; (ii) una zona donde el crecimiento es más moderado y que llega hasta los 3-4 dpa y (iii) una última zona donde el crecimiento se estaciona. Dicho comportamiento está relacionado con el crecimiento de la densidad de los defectos microestructurales, como se pudo apreciar en la Fig. 1 y en la Fig.2.

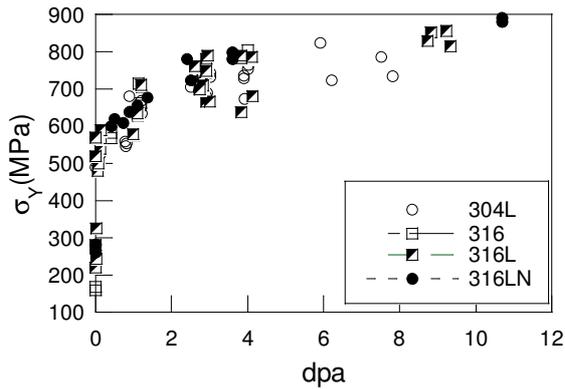


Fig. 4. Variación de la tensión de cedencia con la dosis de irradiación en los aceros estudiados.

Esta afirmación está respaldada por la teoría de la barrera dispersa [3, 4], que tiene en cuenta que la contribución al aumento de la tensión de cedencia, $\Delta\sigma_y$, es debida a la contribución de los distintos defectos de red, no incluyéndose las dislocaciones de red, debido a que son considerados defectos de largo alcance, y no tienen influencia en las condiciones de operación de los reactores. Debido también a que los defectos más importantes, en las condiciones del reactor, son los bucles de Frank y los huecos, entonces el aumento de la tensión de cedencia vendrá dado en función de las contribuciones de estos dos tipos de defectos [4]:

$$\Delta\sigma_y = \left\{ (\Delta\sigma_{bucles})^2 + (\Delta\sigma_{huecos})^2 \right\}^{1/2} \quad (1)$$

lo que explicaría el porqué de esta variación de la tensión de cedencia al ser el resultado de la contribución individual de los microdefectos de la red inducidos por la radiación.

4.2. Elongación uniforme.

La variación de la elongación uniforme en los diferentes aceros estudiados con la radiación se representa en la Fig. 5. donde se adivina un comportamiento contrario al de la variación de la tensión de cedencia, debido a que con el aumento de la cantidad de defectos en la red, también aumentan los mecanismos que entran en juego en la deformación plástica, dificultando de este modo el movimiento de las dislocaciones.

4.3. Endurecimiento por deformación.

Como se puede ver por la Fig. 6 hay una tendencia muy clara a la disminución de la capacidad de endurecimiento por deformación con el aumento de la dosis de irradiación, debido al aumento de los canales de dislocaciones que disminuyen la tenacidad de fractura del material.

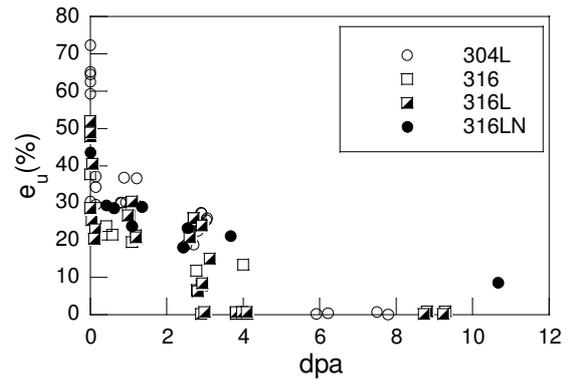


Fig. 5. Variación de la elongación uniforme con la dosis de irradiación en los aceros estudiados.

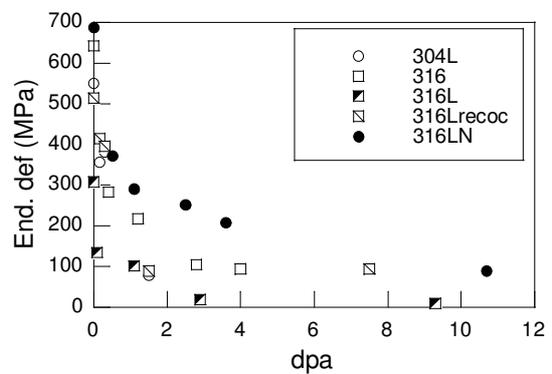


Fig. 6. Variación del endurecimiento por deformación con la radiación en los aceros estudiados.

4.4. Tenacidad de fractura.

La distribución de puntos mostrada en la Fig. 7 refleja una tendencia similar a la vista para la elongación uniforme. Esto es debido a que los fenómenos que imperan en la reducción de la elongación uniforme son los mismos que dictan la disminución de la tenacidad de fractura. La formación de puentes de dislocaciones y de martensita en el plano $\{1\ 1\ 1\}$, reduce la ductilidad del material, lo que influye en la tenacidad de fractura. Como pasó en el caso de Fig. 5, también se observa un colapsamiento del efecto de las imperfecciones, con lo que el valor de la tenacidad de fractura permanecerá constante.

Con el aumento de la radiación los aceros perderán su comportamiento dúctil, con lo que el mecanismo de fractura variará de cuasi-clivaje a un modo de fractura parcialmente intergranular [7]. Si se tiene también en cuenta la temperatura, con el aumento de ésta la disminución de la tenacidad de fractura está relacionada con un cambio del mecanismo de fractura de uno dúctil a uno de decohesión tangencial dominado por los puentes o canales de dislocaciones [10].

Existen varios modelos que intentan relacionar la variación de la tenacidad de fractura como consecuencia de la irradiación, siendo los más populares el de Odette y Lucas [10,11].

$$\frac{K_{IC}^i}{K_{IC}^n} \approx \sqrt{\frac{e_u^i \sigma_0^i}{e_u^n \sigma_0^n}} \quad (2)$$

donde los superíndices denotan el estado irradiado (*i*) y el no irradiado (*n*). K_{IC} es la tenacidad de fractura, e_u la elongación uniforme, y σ_0 la tensión de flujo. Aunque una de las deficiencias más importantes de este modelo es que sólo se ha demostrado su eficacia a temperaturas superiores a los 400 °C.

La otra relación que trata de explicar el comportamiento de la tenacidad de fractura de los aceros es la dada por Hahn y Rosenfield [7], que relaciona la tenacidad de fractura con otras propiedades mecánicas del acero irradiado:

$$K_{IC} = 0.12\sqrt{E\sigma_Y\varepsilon_F(0.0005 + n^2)} \quad (3)$$

siendo E el módulo de Young, σ_Y la tensión de cedencia, ε_F la deformación en fractura, y n el coeficiente de endurecimiento por deformación. Esta relación, según los datos investigados, reproduce bien los datos experimentales [7].

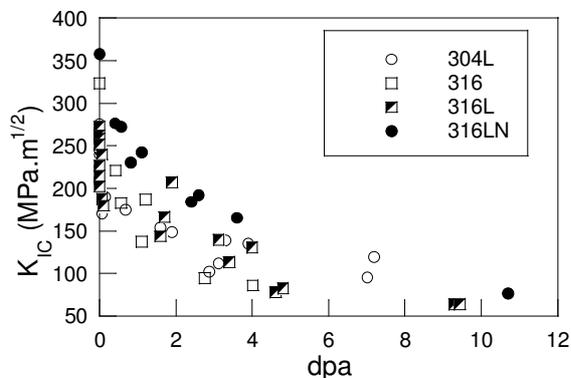


Fig. 7. Variación de la tenacidad de fractura con la radiación en los aceros estudiados.

4.5. Comportamiento en fatiga.

La poca información sobre el tema en ambientes irradiados, hace que la cantidad de datos sea mucho menor, estando recogidos en la Fig. 8 para el acero 316.

Comparando las curvas del acero irradiado y no irradiado se puede observar una disminución de la zona intermedia de Paris, y un aumento de su pendiente de $4 \cdot 10^{-8}$ a $4.8 \cdot 10^{-8}$ MPa.m^{1/2}.ciclo lo que hace que el acero acorte su vida en fatiga, debido a una rápida transición a la zona de crecimiento catastrófico de la

figura. Este comportamiento está asociado a la pérdida de ductilidad debida a la radiación [12], y a un cambio del mecanismo de fractura de uno de estriación a uno de canales de fracturas [13].

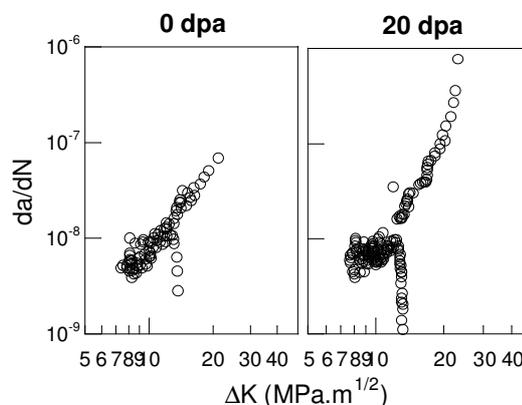


Fig. 8. Curvas de Paris para el acero 316 irradiado y sin irradiar.

4.6. Corrosión bajo tensión asistida por la radiación.

Este fenómeno está asociado al aumento de la densidad de dislocaciones y bucles de dislocaciones, con su consiguiente variación en los micromecanismos de deformación, y la reducción de la proporción de Cromo en las fronteras de grano [13], lo que puede producir una sensibilización del acero a los mecanismos de corrosión. Los datos son recogidos en la Fig. 9 [2], en las que se relaciona la variación del porcentaje de corrosión bajo tensión en las fronteras de grano (IGSCC), frente a la tensión de cedencia.

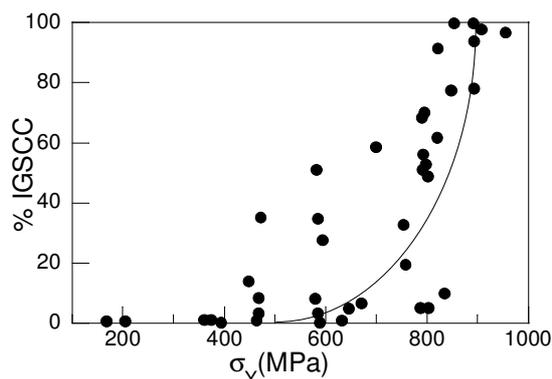


Fig. 9. Variación del IGSCC con la tensión de cedencia en aceros irradiados.

De lo dicho anteriormente se puede desprender que la combinación de altas tensiones, la intersección de canales de dislocaciones/fronteras de grano y el debilitamiento de las fronteras de grano debido a la SIR, pueden potenciar el efecto de la fisuración en los materiales afectados.

5. CONCLUSIONES.

1. La irradiación neutrónica produce cambios en la microestructura y en la microquímica de los materiales afectados por la misma.
2. Los defectos que se producen en el material sometido a las condiciones de los reactores nucleares, son los huecos y los bucles de Frank.
3. Los defectos alteran los micromecanismos de deformación en el material alterando de este modo las propiedades mecánicas.
4. El cambio de microquímica reduce la composición de cromo en las fronteras de grano, lo que puede hacer al acero más vulnerable a la corrosión.
5. La tensión de cedencia se ve favorecida por la irradiación neutrónica. Por el contrario, la elongación uniforme, el endurecimiento por deformación, la tenacidad de fractura y el comportamiento en fatiga, se ven perjudicados debido a los canales de dislocaciones.
6. Los aceros objetos de este estudio conservan algo de ductilidad a altas dosis de irradiación debido a la formación de las micromaclas.
7. El fenómeno de corrosión bajo tensión se agrava por el efecto conjugado del cambio en los micromecanismos de deformación y la disminución de cromo en las fronteras de grano.

AGRADECIMIENTOS.

Los autores desean hacer constar su agradecimiento a las siguientes instituciones: MCYT-FEDER (Proyecto MAT2002-01831), MEC (Proyecto BIA2005-08965), *Junta de Castilla y León* (Proyectos SA078/04 y SA067A05) y Fundación "Memoria de D. Samuel Solórzano Barruso".

BIBLIOGRAFÍA.

[1] Sencer, B.H., Bond, G.M., Hamilton, M.L., Garner, F.A., Maloy, S.A., Sommer, W.F. (2001). Microstructural origins of radiation-induced changes in mechanical properties of 316 L and 304 L austenitic stainless steels irradiated with mixed spectra of high-energy protons and spallation neutrons. *Journal of Nuclear Materials* **296** 112-118.

[2] Bruemmer, S.M., Simonen, E.P., Scott, P.M., Andersen, P.L., Was, G.S., Nelson, J.L. (1999). Radiation-induced material changes and susceptibility to intergranular failure of light-water-reactor core internals. *Journal of Nuclear Materials* **274** 299-314.

[3] Wakai, E., Hashimoto, N., Robertson, J.P., Jitsukawa, S., Sawai, T., Hishimuna, A. (2000). Tensile properties and damage microstructures in ORR/HFIR-irradiated austenitic stainless steels. *Journal of Nuclear Materials* **283-287** 435-439.

[4] Gan, J., Was, G.S. (2001) Microstructure evolution in austenitic Fe-Cr-Ni alloys irradiated with protons: comparison with neutron-irradiated microstructures. *Journal of Nuclear Materials* **297** 161-175.

[5] Kesternich, W., Garcia-Borquez, A. (1997). Inversión of the radiation-induced segregation behaviour at grain boundaries in austenitic steel. *Scripta Materialia* **36** 1127-1132.

[6] Bailat, C., Gröschel, F., Victoria, M. (2000). Deformation modes of proton and neutron irradiated stainless steels. *Journal of Nuclear Materials* **276** 283-288.

[7] Byun, T.S., Farrell, K., Lee, E.H., Hunn, J.D., Mansur, L.K. (2001) Strain hardening and plastic instability properties of austenitic stainless after proton and neutron irradiation. *Journal of Nuclear Materials* **298** 269-279.

[8] Hashimoto, N., Wakai, E., Robertson, J.P., Sawai, T., Hishimuna, A. (2000). Microstructure of austenitic stainless steels irradiated at 400 °C in the ORR and the HFIR spectral tailoring experiment. *Journal of Nuclear Materials* **280** 186-195.

[9] Boulanger, L., Soisson, F., Serruys, Y. (1996). Interaction between the deformation and the irradiation defect clusters in austenitic steels. *Journal of Nuclear Materials* **233-237** 1004-1008.

[10] Lucas, G.E., Billone, M., Pawel, J.E., Hamilton, M.L. (1996). Implications of the radiation-induced reductions in ductility to the design of austenitic stainless steel structures. *Journal of Nuclear Materials* **233-237** 207-212.

[11] Rowcliffe, A.F., Zinkle, S.J., Stubbins, J.F., Edwards, D.J., Alexander, D.J. (1998). Austenitic stainless steels and high strength alloys for fusion components. *Journal of Nuclear Materials* **258-263** 183-192.

[12] Scholz, R., Mueller, R. (1998). The effect of hold-times on the fatigue behavior of type AISI 316L stainless steel under deuteron irradiation. *Journal of Nuclear Materials* **258-263** 1600-1605.

[13] Jitsukawa, S., Ioka, I., Hishimuna, A. (1999). Post-irradiation mechanical properties of austenitic alloys at temperatures below 703 K. *Journal of Nuclear Materials* **271&272** 167-172.

THE ENVIRONMENT EFFECT ON FATIGUE CRACK GROWTH USING A NEW CHAMBER OF VACUUM

M. de Freitas¹, F. Romeiro² and M. da Fonte³

¹ Departamento de Engenharia Mecânica, Instituto Superior Técnico, Av. Rovisco Pais, 1049-001 Lisboa, Portugal
E-mail: mfreitas@dem.ist.utl.pt
Tfno: 351 218417459 . Fax: 351 218417915

² Escola Superior de Tecnologia e Gestão, Instituto Politécnico de Leiria
2401 Leiria, Portugal
fromeiro@estg.ipleiria.pt

³ Departamento de Máquinas Marítimas, Escola Náutica Infante D. Henrique, 2770-058 Paço de Arcos, Portugal
fonte@enautica.pt

RESUMEN

O conhecimento das propriedades de crescimento de fendas por fadiga é de importância fundamental para a utilização dos conceitos de tolerância ao dano. Os mecanismos que controlam o crescimento de fendas por fadiga, como a razão de tensão, R , o ambiente e outros parâmetros, têm sido profundamente estudados mas continuam a suscitar estudos suplementares para a compreensão da fadiga e a sua relação com o fecho e abertura de fenda. Neste estudo, aborda-se em particular o efeito do ambiente, da razão de tensão e da rugosidade das superfícies de fractura no fecho e abertura de fenda. Foi desenvolvida uma nova câmara de vácuo, mais leve, menos dispendiosa e de operação simples e rápida, que evidencia portanto vantagens sobre as clássicas câmaras de vácuo. A nova câmara de vácuo foi aplicada com sucesso a ensaios de crescimento de fendas de fadiga para várias razões de tensão em provetas tipo ASTM (MT) em aço Ck 45.

ABSTRACT

It is known that data obtained on fatigue crack growth is of importance for damage tolerance analysis. The knowledge of the mechanisms that control fatigue crack growth, such as stress ratio, environment and other parameters have been widely studied but are of continue concern to researchers. In this study, special emphasis is given to the study of the environment effect, stress ratio and related effects of crack roughness. For the analysis of the effect of environment, the common chambers of vacuum for the experimental testing are large, expensive and have no quick and easy operation. A new chamber was designed and constructed, to perform fatigue crack growth under several stress ratio conditions for ASTM (MT) specimens made of DIN Ck 45 steel.

ÁREAS TEMÁTICAS PROPUESTAS: Técnicas Experimentales, Fatiga e Interacción con el Medio Ambiente

PALABRAS CLAVE: Fatigue Crack Growth, Environment Effect, Crack Closure.

1. INTRODUCTION

Since the 60's that fatigue crack growth has been studied in the so-called Paris regime ($da/dN \geq 10^{-9}$ m/cycle) mainly in ambient air conditions. However, for the designers the knowing of the thresholds under different environments is of great importance to determine the damage tolerance and the lifetime of mechanical and structural components. For the same material it is fundamental to know the influence of different microstructures and environment on the threshold, ΔK_{th} , and fatigue crack growth rates, da/dN . A review of the scientific literature in the two last two decades shows some of that research work [1].

In the end of 60's, Elber introduced the fatigue crack closure phenomena. It is postulated that crack closure reduces the tensile amplitude to an effective amplitude,

ΔK_{eff} , which is the driving force for crack propagation. The effort was concentrated on process in and around the plastic zone at the crack tip while the process ahead of the crack tip was neglected. However in the last years some researchers have put in doubt that crack closure has a significant influence when is compared with the residual compressive stress ahead of the crack tip and the environment effect [2]. Therefore, more physical mechanisms should be seen as potentially reducing ΔK to ΔK_{eff} and not only the mechanical interaction behind the crack tip as postulated by Elber.

An example of the minor importance of the crack closure phenomena when compared with the environment effect (in ambient air and vacuum) is shown in figure 1 [3]. If the closure due to only wedging action is assumed in the wake of a crack without corrosion influences, then the environment

effect in Ti-6V-4Al alloy data should lie to the right of the vacuum curve. The ambient air data in figure 1 lying to the left of vacuum is indicating the important role of environment damage ahead of crack tip in Ti-Al alloy. This is not experimentally observed when the environment results are compared to the results in a good vacuum. The arrow to the left of vacuum curve (square points) indicates the environment contribution to fatigue in ambient air. The arrow to the right (dashed curve) of vacuum curve indicates the trend of the moist air curve, if the closure was significant.

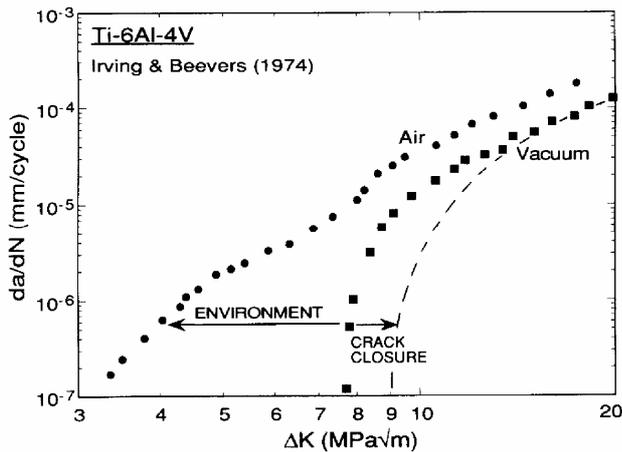


Figure 1. Influence of environment on fatigue crack growth [3].

The concept of plasticity-induced closure has been used to explain a wide range of positive stress ratio crack propagation results ($R \geq 0$) and also to explain the decreasing crack growth rates with increasing crack length as a result of plastic deformation at the crack tip. Less attention has been given to fatigue loading for negative stress ratios ($R < 0$) which is really also common in the practice engineering.

Negative crack closure loads were found for negative stress ratios $R = -1$ which can explain higher crack propagation rates and accelerations in crack growth during constant amplitude tests where compressive loads of different stress ratios are present. Freitas et al. [4] have measured crack closure effects for negative stress ratios in a medium carbon steel DIN Ck45 for a wide range of stress ratios from $R = 0.7$ to $R = -3$. For a given negative R ratio, the P_{open} depends strongly on the maximum load P_{max} . The ratio P_{open}/P_{max} becomes more negative for higher negative stress ratios but only for high applied maximum load levels P_{max} . Though the parameter K_{open}/K_{max} is suitable for predicting crack growth rate variations, the term “closure” should be used with some care. A crack may remain permanently open after the application of an overload, while internal stresses at the crack tip limit the efficiency of the fatigue life [5].

In order to establish the damage tolerance concept in engineering design, it is necessary to be able to quantify

the influence of the microstructure and environment effect on fatigue crack growth [6]. The aim of this study is to observe the mechanisms governing the fatigue behaviour of DIN Ck45 steel under controlled environment conditions and different R-ratios. Then, several mechanical tests were performed on both conditions and both macroscopic and microscopic responses are compared. Fatigue crack growth mechanisms are discussed in terms of the specific role of several concurrent processes involving crack closure and environmentally assisted crack growth. Results are discussed on the basis of the embrittling influence of environment (ambient air and vacuum) and the two intrinsic parameters to crack growth: ΔK_{th} , K_{max} .

2. MATERIAL AND EXPERIMENTAL PROCEDURES

The material tested is a normalized medium carbon steel, DIN Ck 45. The chemical composition is presented in table 1, and mechanical properties are: $\sigma_{ys} = 350$ MPa; $\sigma_u = 600$ MPa; A (%) = 25. Tests were carried out in a 100 kN INSTRON servohydraulic testing machine at a frequency of 10 Hz in load control mode at different stress ratios R and loading.

C	Mn	Cr	Ni	Ti	Cu	Si
0.41	0.76	0.09	0.08	0.01	0.19	0.23

Table 1. Chemical composition of Ck 45 steel

The specimens are middle-crack tension (M(T) type) 10 mm thick and 60 mm width in accordance with the Standard Test Method for Measurement of Fatigue Crack Growth Rates, ASTM E 647. A wide range of stress ratios from $0.7 \geq R \geq -3$ were used and tests were carried out always in the Paris regime.

The central notch was 6 mm long and 0.25 mm height. It was made by electrical-discharge in order to reduce the residual compressive stresses as a consequence of machining process. A fatigue precracking was conducted till the crack length was approximately 10 mm long. On all specimens the direction of loading was parallel to the rolling direction but due to the effect of normalized steel the grain size is similar on both directions.

Crack growth measurements were made by an optical microscope associated to a video camera together with a stroboscopic illumination at the same frequency of testing.

For the testing in vacuum environment a new chamber was used which was designed and constructed by the authors [7]. Level of vacuum was about 2.5×10^{-3} Pa. The new chamber is of very simple design, it doesn't depend on the size of the specimen and can be used on any testing machine. Moreover it allows to reach the maximum vacuum level only in few minutes because of

the little volume of the chamber where the specimen is placed. It is of the simple assembling on the specimen and of the easy handling transportation. Inside the vacuum chamber, it is possible to place a clip gage for the plotting of the Load/COD data, necessary for the determination of the opening and closure loads either in ambient air or in vacuum. The quality of the acquired signal of the clip gage is not affected by the presence of the vacuum chamber, as is shown in figure 2, where plots of load/COD data are presented for one cycle of loading, at a stress ratio of $R=0.1$, for different testing conditions respectively without the vacuum chamber, with the chamber but without vacuum and with vacuum conditions. Some dispersion of the data is observed which is related to the low resolution of the clip gage used, since the results are similar for the three conditions tested.

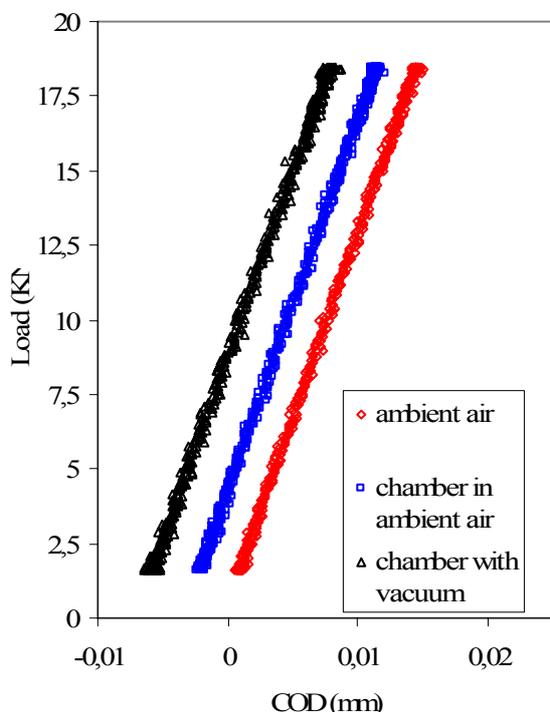


Figure 2. Plots of load/COD in different conditions

A view of the testing machine, with the apparatus for fatigue vacuum testing, composed of the specimen mounted in the grips, the new vacuum chamber and with the system for the automatic crack growth measurements is shown briefly in figure 3. It clearly shows that, contrary to the chambers present in literature, the new vacuum chamber is compact and allows the direct observation of the crack growth in the specimen.

The roughness of the fatigue crack surface was measured by roughness measurement equipment (Perthometer) according to the ISO 4287. The surface roughness was analysed mapping the readings to the fatigue crack propagation direction. Figure 4 shows for a standard spectrum of roughness, the calculation of the parameters R_a and R_z [8], defined as:

$$R_a = \frac{1}{L} \int_0^L |Z(X)| dx \tag{1}$$

and

$$R_z = \frac{R_{z1} + R_{z2} + R_{z3} + R_{z4} + R_{z5}}{5} \tag{2}$$



Figure 3. View of the vacuum testing apparatus on the testing machine

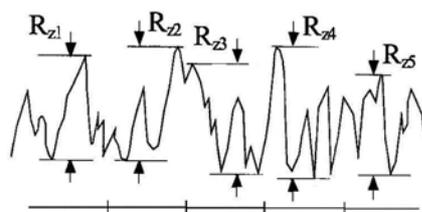


Figure 4. Standard spectrum of roughness

3. EXPERIMENTAL RESULTS AND DISCUSSION

Fatigue crack propagation rates (da/dN) vs. Stress Intensity Factor ranges (ΔK) or K_{max} are obtained according to ASTM 647:

$$\Delta K = K_{max} - K_{min} \text{ for } R > 0 \text{ and} \tag{3}$$

$$\Delta K = K_{max} \text{ for } R \leq 0$$

and the Paris equation is given by:

$$\frac{da}{dN} = C(\Delta K)^m \quad (4)$$

The plots of the Paris equation and the respective constants for all testing conditions are shown respectively on figures 5 to 8 and on table 2.

Figures 5 and figure 6 show the fatigue crack growth rate respectively in ambient air and in vacuum for positive R-ratios. Different slopes m are observed for each graph at different environment conditions, air, and vacuum, as well as the da/dN clearly higher in air than in vacuum for similar conditions of ΔK . The trend of the data presented clearly shows that thresholds are lower in ambient air than in vacuum, which means that for these conditions, the crack nucleation starts first in ambient air than in vacuum.

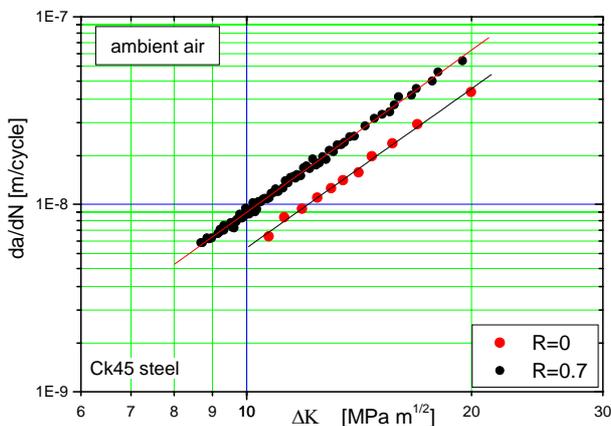


Figure 5. Crack growth in ambient air for $R \geq 0$

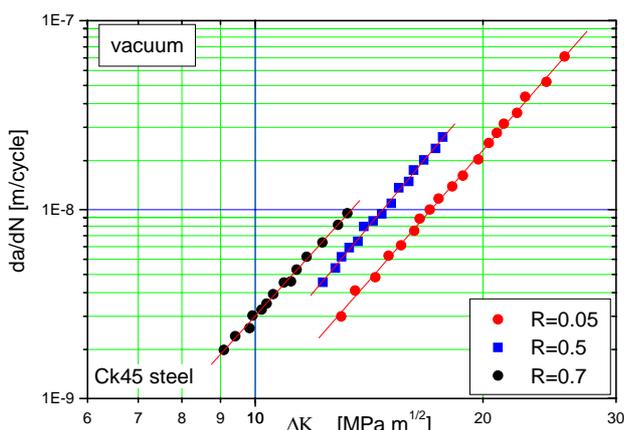


Figure 6. Crack growth in vacuum for $R \geq 0$

The same conclusions are sustained for negative stress ratios $R=-1$ to $R=-3$ as shown in figures 7 and 8, respectively for ambient air and vacuum. Different slopes m are observed for each graph at different environment conditions, air, and vacuum and for similar K_{max} fatigue crack growth is higher in air than in

vacuum. Also for negative stress ratio, the trend of the data allows to conclude that thresholds are lower in ambient air than in vacuum as shown in figures 7 and 8.

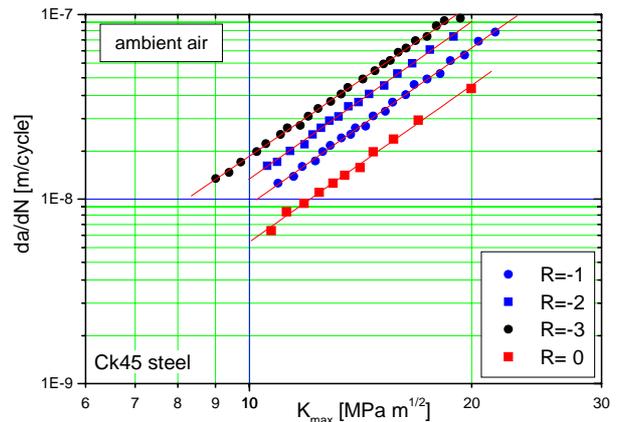


Figure 7. Crack growth in ambient air for $R \leq 0$

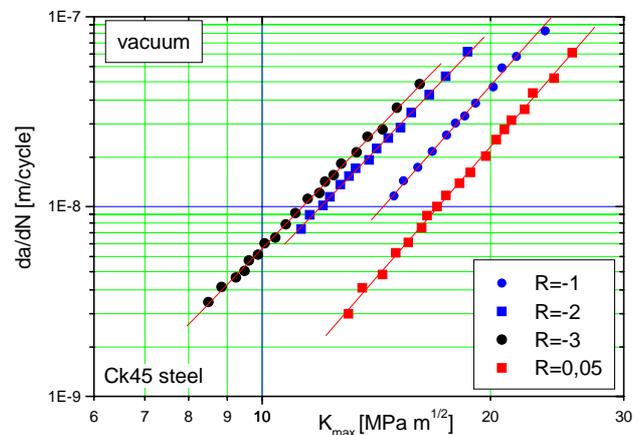


Figure 8. Crack growth in vacuum for $R \leq 0$

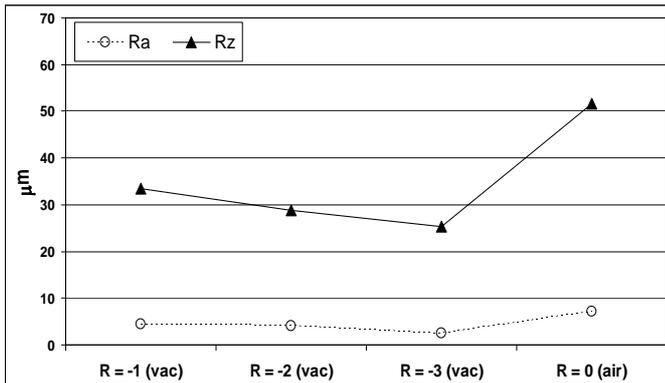
R	$da/dN = C (\Delta K)^m$			
	C		m	
	air	vacuum	air	vacuum
0.7	9.10^{-10}	1.10^{-12}	3.09	4.25
0.5		2.10^{-12}		4.27
0.05		8.10^{-13}		4.33
0.0	3.10^{-9}		2.97	
-1	4.10^{-9}	3.10^{-12}	2.95	4.2
-2	2.10^{-9}	5.10^{-12}	3.0	4.22
-3	8.10^{-9}	9.10^{-13}	2.75	4.3

Table 2. Constants of Paris equation in air and vacuum

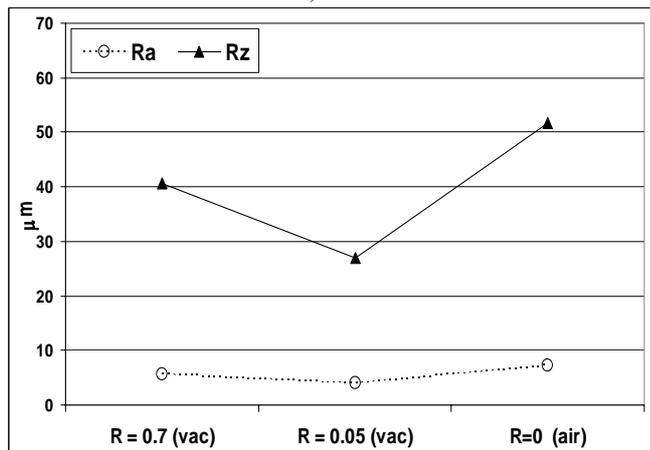
Results in table 2 show that the C and m parameters in the Paris equation which are traditionally considered as a specific property of each material, are significantly different either in ambient air or in vacuum. For very negative R-ratios ($R=-2$ and $R=-3$) the fit lines are closer than for $R=-1$ and $R=0$. It means that the roughness is lowest due to the friction and the high contact pressure. This can be observed by the crack closure using the COD testing. The fracture surfaces are plastically deformed during the compression cycle of

fatigue, which reduces roughness and consequently the crack closure level increasing ΔK_{eff} [5, 6].

Crack closure is traditionally associated with three parameters: plasticity induced, corrosion debris and fracture surface roughness. In this study a systematic measurement of the fracture roughness together with a fractographic analysis was carried out for all stress ratio tested and in both test condition, vacuum and laboratory air, since the plasticity induced around the crack tip is similar for similar loading conditions.



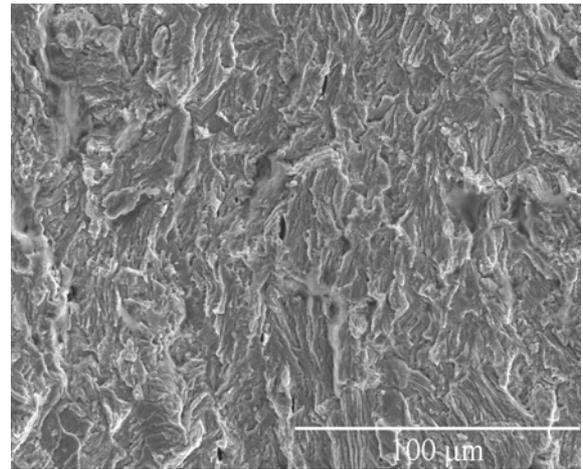
a)



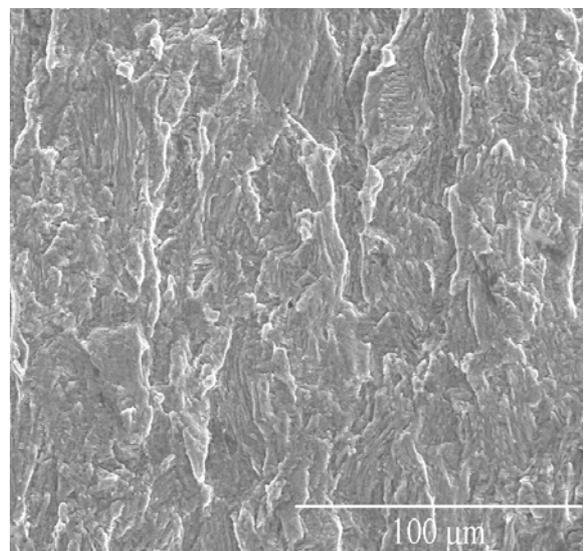
b)

Figure 9. Roughness of the fracture surfaces for a) $R < 0$ and b) $R > 0$

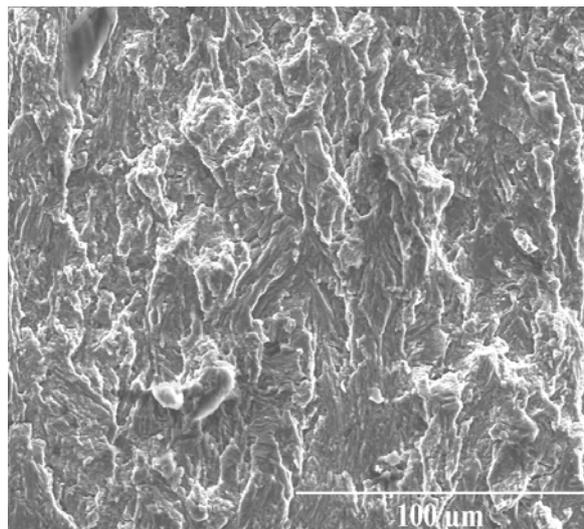
Figure 9 a) shows the comparison of the measured parameters R_a and R_z described above for the fracture surfaces obtained at tests of fatigue crack growth in vacuum for negative stress ratio and the comparison with stress ratio $R=0$ in ambient air. This analysis shows clearly that the parameter R_z is much more sensitive than the traditional parameter R_a . For the negative stress ratios $R=-1$ to $R=-3$, the parameter R_z shows a decrease of the roughness which is also shown on the fractographic analysis of the fracture surfaces at Figure 10 a) and b) respectively. The roughness parameter R_z for fatigue crack growth surfaces tested at laboratory air and at stress ratio $R=0$ is much higher than those obtained at vacuum.



a) Ambient air $R=0$



b) Vacuum $R=-3$



c) Vacuum $R=0.05$

Figure 10. SEM morphology for different fracture surfaces at different crack growth conditions

For positive stress ratios the same conclusion applies as can be seen in Figure 9 b), the higher the stress ratio the higher roughness is measured calculated by the parameter R_z and also lower roughness is measured in vacuum than in laboratory air. Figure 10 c) also allows the same conclusions confirming the lower roughness of the fracture surfaces obtained when testing at negative stress ratios.

The plots load/COD obtained for the different crack growth tests in vacuum also sustain this conclusion. Figure 11 shows the comparison of the level of closure loads obtained during fatigue crack growth in vacuum for a wide range of stress ratio. It clearly shows the lower levels of closure measured during fatigue crack growth at negative stress ratios.

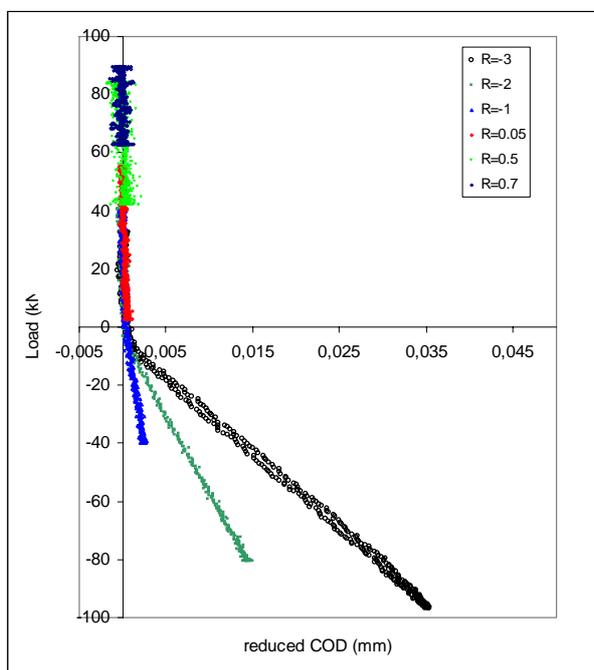


Figure 11. Closure loads in crack growth under vacuum conditions for a wide range of stress ratios

Therefore, when fatigue crack growth is analysed and fatigue crack closure is to be considered, several parameters shall be considered: internal stresses at the crack tip [5], the effect of the environment and the roughness parameter as defined in this study which is an important one since it has also a major influence on the level of the opening load during a cycle.

6. CONCLUSIONS

A new chamber of vacuum was designed and constructed and crack growth tests were carried out. The vacuum chamber allowed to obtain very good experimental data when compared with available literature results for similar materials, but with much more flexibility and ease of use.

Crack growth tests in vacuum conditions were carried out for a wide range of stress ratio for a Ck 45 normalized steel. Closure loads were determined under ambient air and vacuum conditions. The roughness of the fracture surfaces were measured for different crack growth conditions. The closure loads determined and the roughness measured justify the different crack growth rates obtained for both different ambient conditions and the negative stress ratios.

REFERENCES

- [1] Freitas M., Reis L. and Gonçalo H. "Damage Tolerance Analysis of PoAF Aircrafts to Assess the Severity of the Usage". Presented at XVI Encuentro del Grupo Español de la Fractura, Torremolinos, Espanha, 14/16 de Abril de 1999, *Anales de Mecánica de la Fractura* No. 16, 1999, pp. 113-118.
- [2] Fonte, M., Stanzl-Tschegg, S., Holper, B., Tschegg, E. and Vasudévan, A., *International Journal of Fatigue*, 23, pp. S311, 2001.
- [3] Irving P.E. and Beevers C. J. *Metallurgical Transactions 5A*, pp. 391, 1974.
- [4] Romeiro, F., Domingos, C., Freitas, M.. "Measurement of Fatigue Crack Closure for Negative Stress Ratio". In: *Advances in Fatigue Crack Closure Measurement and Analysis*, McClung and Newman Jr. (Eds), ASTM, W. Consh., USA, pp. 321-336, 1999.
- [5] Romeiro, F., Freitas, M. and Pommier, "Effects of Overloads and Underloads on Fatigue Crack Growth and Interaction Effects", *Journal of ASTM International*, Vol. 1, No. 9, pp. 1-15, 2004.
- [6] Fonte, M., Romeiro, F., Stanzl-Tschegg, S., Holper, B., Tschegg, E., Vasudévan, A. "The Effect of Microstructure and Environment on Fatigue Crack Growth in 7049 Aluminium Alloy at Negative Stress Ratios", *International Journal of Fatigue*, 25, pp. 1209-1216, 2003.
- [7] Romeiro, F. and Fonte, M. "Compact chamber of vacuum" PT-103234 Patent. 2005.
- [8] Mummery, L. In: *Surface Texture Analysis, The Handbook*, Thyssen Ed. Hommelwerke, GmbH. 1992.

EFFECTO DE LA MICROESTRUCTURA, FRECUENCIA Y TEMPERATURA EN EL COMPORTAMIENTO A FATIGA OLIGOCÍCLICA DE LAS ALEACIONES SOLDANTES 96.5Sn-3.5Ag Y 63Sn-37Pb

A. Boulaajaj¹, J.M. Cabrera^{1,2}, y J.M. Prado^{1,2}

¹Departamento de Ciencia de los Materiales e Ingeniería Metalúrgica, ETSEIB- Universidad Politécnica de Cataluña, Av: Diagonal 647, 08028, Barcelona, España
ahmed.boulaajaj@upc.edu, jose.maria.cabrera@upc.edu, jm.prado@upc.edu
Tfno. y fax: 934016706

²Centro Tecnológico de Manresa, Av. de les Bases de Manresa 1, 08240 Manresa, España

RESUMEN

Debido a las diferencias en los coeficientes de dilatación térmica entre los constituyentes de los ensamblajes electrónicos (substrato / soldadura / circuito) las variaciones de temperatura (bien por calentamiento durante el paso de corriente, bien por condiciones medioambientales) promueven deformación cíclica en los citados componentes, y en especial en las aleaciones soldantes. Los ensayos en banco de los ensamblajes indican que los fallos ocurren a relativos pocos ciclos, deduciéndose que los materiales trabajan en el régimen de oligofatiga. Es por lo tanto necesario el estudio del comportamiento a fatiga de bajos ciclos de las aleaciones soldantes para entender mejor la fiabilidad de los ensamblajes electrónicos. Por este motivo se han diseñado ensayos de fatiga oligocíclica de dos aleaciones soldantes eutécticas Sn-Pb y Sn-Ag, a temperaturas que variaron entre -20°C y 80°C, y a diferentes frecuencias. Asimismo se introdujo como variable la microestructura inicial de cada aleación (mediante variación de la velocidad de solidificación). El comportamiento a fatiga fue analizado mediante el modelo de Coffin-Manson. El exponente de ductilidad a fatiga de la aleación soldante Sn-Pb se encuentra en el intervalo de 0.27 a 0.59, mientras que el de la aleación soldante Sn-Ag está entre 0.47 y 0.70. Ambos exponentes dependieron de la temperatura, la frecuencia y la microestructura inicial. Así por ejemplo, la resistencia a fatiga de ambas aleaciones disminuyó al aumentar la frecuencia. Además, la resistencia a fatiga de la aleación Sn-Pb resultó menor que la de Sn-Ag en todas las condiciones.

ABSTRACT

Due to the differences in the coefficients of thermal expansion between the components of electronic assemblies (substrate-solder-circuit) the variations of temperature (either by heating during the current passage or by environmental conditions) promote cyclical deformation in the component and in the solder alloys. Bench checks of the assemblies indicate that the failures happen after relative few cycles, being deduced that the alloys work in the low cycle fatigue (LCF) regime. The study of the behaviour of solder alloys to LCF is therefore necessary to understand better the reliability of the electronic assemblies. For this reason LCF tests of the two eutectic Sn-Pb and Sn-Ag solder alloys have been carried out at temperatures that varied between -20°C and 80°C, and at different frequencies. Also the initial microstructure of each alloy was introduced like variable (by means of variation of the solidification rate). The behaviour to fatigue was analyzed by means of the Coffin-Manson model. The exponent of ductility to fatigue of the solder alloy Sn-Pb is in the interval from 0,27 to 0,59, whereas in the Sn-Ag alloy ranges between 0,34 and 0.70. Both exponents depended on the temperature, the frequency and the initial microstructure. The resistance to fatigue of both alloys diminished when increasing the frequency. In addition, the resistance to fatigue of the Sn-Pb alloy was minor than in in the eutectic Sn-Ag.

ÁREAS TEMÁTICAS PROPUESTAS: Fatiga e Interacción con el Medio Ambiente

PALABRAS CLAVE: Aleaciones Soldantes Eutécticas, Oligofatiga, Microestructura.

1. INTRODUCCIÓN

El comportamiento a fatiga de los ensamblajes electrónicos es un factor importante para comprender los fallos producidos en las uniones soldantes y aumentar la fiabilidad de los productos electrónicos ya que la aleación soldante asegura la conexión eléctrica entre los componentes electrónicos.

Los ciclos de calentamiento y enfriamiento a los que se someten las placas de circuitos impresos producen deformaciones cíclicas en la unión soldada debido a la diferencia en el coeficiente de dilatación térmica entre los constituyentes del ensamblaje electrónico. Los fallos en tales ensamblajes suelen ocurrir en el régimen de pocos ciclos, por lo que es necesario estudiar estas

aleaciones soldantes en régimen de oligocíclica en función de la temperatura y la frecuencia.

Por otro lado, las regulaciones internacionales obligan a la utilización de soldaduras sin plomo debido al efecto nocivo del mismo. Así surge la aleación eutéctica *96.5Sn-3.5Ag* como una aleación sin plomo utilizada frecuentemente como material soldante alternativo a la tradicional *63Sn-37Pb*. Ambas tienen puntos de fusión relativamente bajos: 183°C y 221°C respectivamente. Las dos son buenas conductoras de la electricidad y el calor, tienen buena mojabilidad, plasticidad, y alta resistencia a la oxidación y a la corrosión.

El método más utilizado para describir el comportamiento a fatiga oligocíclica de estas aleaciones es a través de la determinación de las curvas experimentales $\Delta\varepsilon$ -N, y su ajuste con la ecuación de Coffin-Manson [1,2]

$$\Delta\varepsilon N^\alpha = C \quad (1)$$

donde $\Delta\varepsilon$ es la amplitud de la deformación plástica cíclica, N el número de ciclo a rotura, α es el exponente de ductilidad a fatiga y C es el coeficiente de ductilidad a fatiga.

Pueden encontrarse en bibliografía diversos estudios referentes a la dependencia del comportamiento oligocíclico con la temperatura y/o la frecuencia, aunque suele reportarse cierta dispersión en los resultados, especialmente en la magnitud de los mismos. Por ejemplo Kanchanomai y col. [3-6] estudiaron el efecto de la temperatura (20, 85 y 120°C) sobre la fatiga de bajos ciclos de la aleación eutéctica *96.5Sn-3.5Ag* a diferentes frecuencias (10^{-3} -1Hz). Observaron que el coeficiente de ductilidad a fatiga dependía de la temperatura mientras no lo hacía el exponente de ductilidad. El número de ciclos a fallo disminuyó con el aumento de la temperatura. También observaron que el coeficiente de ductilidad a fatiga de la aleación aumentaba al incrementar la frecuencia (y al disminuir la temperatura) aunque el exponente de ductilidad a fatiga permanecía prácticamente constante. La iniciación de las fisuras de esta aleación a baja frecuencia era intergranular a lo largo de los bordes de dendritas de estaño. Sin embargo, a altas frecuencias, la iniciación de las fisuras se producía a lo largo de subgranos formados dentro de las dendritas de estaño. Estos mismos autores [7] estudiaron la aleación soldante *63Sn-37Pb* a fatiga de bajos ciclos a temperatura ambiente 20°C. Mostraron que el comportamiento a fatiga sigue la ley de Coffin-Manson con el exponente de ductilidad a fatiga igual a 0.63. Observaron que el inicio de las fisuras ocurría a lo largo de los bordes de colonias, especialmente a la interfase entre las fases de estaño y de plomo y también en puntos triples de bordes de colonias.

Kariya y col. [8,9] observaron que la aleación *96.5Sn3.5Ag* tenía mayor resistencia a fatiga que la aleación *63Sn-37Pb* a temperatura ambiente, concluyendo que el coeficiente y el exponente de ductilidad a fatiga para la aleación Sn-Ag se encuentran en el intervalo de 0.43-0.60 y 0.06-0.90 respectivamente, dependiendo de la adición de terceros elementos como Bi, Cu, e In.

Shi y col. [10] ensayaron la aleación eutéctica *63Sn-37Pb* en los intervalos de temperaturas y frecuencias entre 25°C a 150°C y 10^{-4} Hz a 1Hz en el intervalo de deformación cíclica entre 0.5% a 50%. Observaron que la resistencia a fatiga disminuía con la disminución de la frecuencia o con el aumento en la deformación cíclica. Asimismo observaron que la resistencia a fatiga disminuía con el aumento de la temperatura.

Finalmente Andersson y col. [11] compararon las propiedades mecánicas a fatiga isotérmica de las aleaciones soldantes *63Sn-37Pb*, *96.5Sn-3.5Ag* y *95.5Sn-4Ag-0.5Cu*. Concluyeron que la aleación más resistente a fatiga era la aleación soldante *96.5Sn3.5Ag*, demostrando que esta última aleación es una buena alternativa para reemplazar la tradicional *63Sn-37Pb*.

En este contexto el presente trabajo se dirige a ampliar el espectro de variables que afectan al comportamiento a fatiga, incluyendo ensayos a temperaturas inferiores a la ambiente y el efecto de la microestructura de partida.

2. PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL

Así pues en este trabajo se determina el efecto de la microestructura, la temperatura y la frecuencia en las propiedades a fatiga oligocíclica de dos aleaciones soldantes *63Sn-37Pb* y *96.5Sn3.5Ag*. Las dos aleaciones soldantes fueron solidificadas a dos velocidades de enfriamiento, una lenta 0.44°C/min y otra rápida 459°C/min con el objetivo de determinar el efecto de la microestructura en los ensayos de fatiga oligocíclica. La velocidad de enfriamiento rápida es cercana a las condiciones industriales de la realización de las uniones soldantes. Para conseguir estas velocidades de solidificación se fundieron ambas aleaciones en un crisol, el cual se colocaba dentro de un horno cuya temperatura era de 30°C por encima de la teórica de fusión de cada aleación. Después, el metal fundido se vertía en un molde metálico. Las velocidades de enfriamiento obtenidas (0.44 y 459°C/min) corresponden a enfriar el molde (precalentado) en el interior del horno cerrado y a enfriar las muestras fuera del horno con el molde a temperatura ambiente. Esta velocidad de enfriamiento fue evaluada con un termopar colocado cerca de la superficie interna de las probetas. El molde producía probetas cilíndricas para el estudio de fatiga con las dimensiones definidas en la figura 1. El molde se

diseño de modo que permitiera escapar gas durante el vaciado y que el rechupe se trasladara hacia las cabezas de la probeta. La microestructura obtenida en cada aleación inicial se muestra en las micrografías 2 a 5. En la aleación $63Sn-37Pb$, y en general, la microestructura es laminar y se compone de una fase de color claro de Pb y una fase oscura de $\beta-Sn$. A alta velocidad de enfriamiento se observan islas aisladas ricas en estaño (áreas blancas), y una gran tendencia a formar una estructura globular. La aleación $96.5Sn3.5Ag$ es de una morfología claramente dendrítica. Está formada por islas de $\beta-Sn$ y un eutéctico globular donde se aprecia la formación de una fase intermetálica Ag_3Sn [12,13]. La muestra con velocidad de enfriamiento rápida presenta una morfología más fina y mayor porcentaje de fase β [12,14,15].

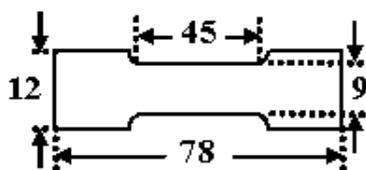
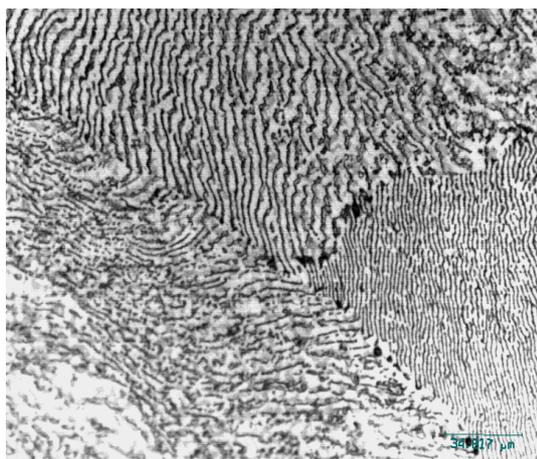


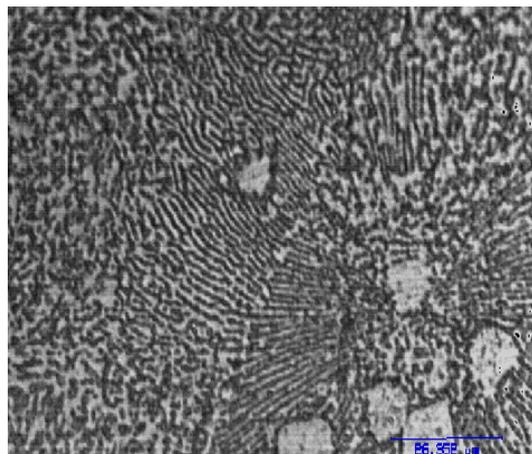
Figura.1. Representación esquemática de la geometría de la probeta cilíndrica de fatiga

Los ensayos de fatiga fueron realizados en una máquina Instron electromecánica a la que se le acopló una cámara ambiental para alcanzar las siguientes temperaturas: $-20^{\circ}C$, $20^{\circ}C$ y $80^{\circ}C$. Los ensayos se efectuaron a diferentes frecuencias 0.03Hz, 0.15Hz, 0.3Hz y 0.6Hz. Los ensayos de fatiga se efectuaron controlando la variación de la amplitud de la deformación total que osciló entre 0.2% y 0.6% mediante un extensómetro acoplado a la zona de trabajo de la probeta y aplicando una onda triangular.



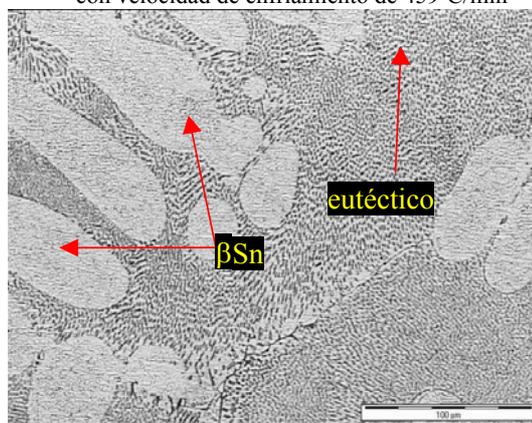
10 μ m

Figura. 2. Microestructura de la aleación $63Sn-37Pb$ con velocidad de enfriamiento de $0.44^{\circ}C/min$



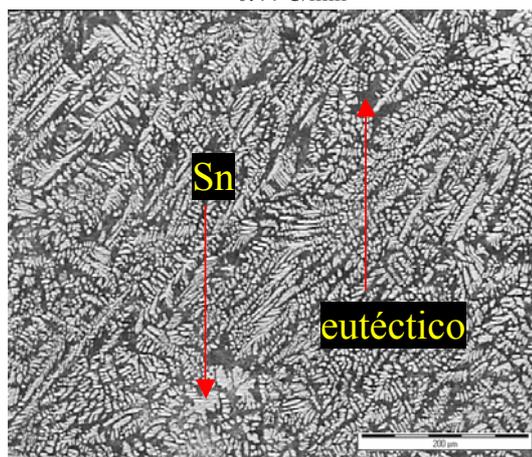
10 μ m

Figura. 3. Microestructura de la aleación $63Sn-37Pb$ con velocidad de enfriamiento de $459^{\circ}C/min$



100 μ m

Figura. 4. Microestructura de la aleación $96.5Sn3.5Ag$ con velocidad de enfriamiento de $0.44^{\circ}C/min$



100 μ m

Figura. 5. Microestructura de la aleación $96.5Sn3.5Ag$ con velocidad de enfriamiento de $0.44^{\circ}C/min$

3. RESULTADOS Y DISCUSIÓN

3.1. Efecto de la temperatura

Se muestran en las figuras 7 a 9 el efecto de la temperatura sobre las aleaciones soldantes 63Sn-37Pb y 96.5Sn3.5Ag en su comportamiento a fatiga oligocíclica a una frecuencia constante de 0.3Hz y a cada una de las microestructuras iniciales. Desde el punto de vista de la temperatura, se aprecia que las curvas $\Delta\varepsilon$ -N se desplazan hacia la izquierda en el caso de la aleación Sn-Ag, queriendo indicar una mejor comportamiento a deformación cíclica, en términos de ciclos a rotura, de esta aleación frente a la convencional de Sn-Pb, en consonancia con los resultados de Andersson y col. [11]. Asimismo en todos los casos, el peor comportamiento se observa cuando se cicla a la mayor temperatura. Por el contrario el mejor comportamiento se aprecia en los ensayos de temperatura ambiente. Estos resultados están en acuerdo parcialmente con los de Kanchanomai [3-7] ya que los resultados obtenidos en ensayos a -20°C proporcionan peores resultados que los de temperatura ambiente, pero mejores que los de alta temperatura. Hay una tendencia a que el efecto de la temperatura disminuya cuando los valores de deformación cíclica son pequeños (0.1-0.2%). Respecto a la microestructura, en el caso de la aleación Sn-Ag, se observó mejor comportamiento cuando el material era solidificado lentamente. Similar resultado, pero más atenuado fue observado en la aleación Sn-Pb. El exponente de ductilidad α de la 96.5Sn3.5Ag varió desde 0.36 (ensayo de -20°C con la microestructura de solidificación lenta) a 0.70 (ensayo de temperatura ambiente con idéntica microestructura). En el caso de la aleación Sn-Pb dicho exponente varió entre 0.27 (ensayo a -20°C con microestructura fina) y 0.59 (ensayo de 20°C con microestructura gruesa). Respecto al coeficiente de ductilidad C de las dos aleaciones varía fuertemente: entre 1.81 y 22.02 para la aleación Sn-Pb y entre 4.29 y 126.59 para la de Sn-Ag.

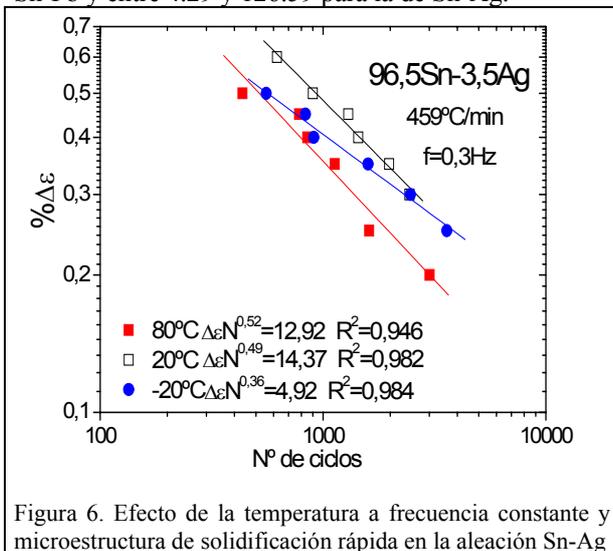


Figura 6. Efecto de la temperatura a frecuencia constante y microestructura de solidificación rápida en la aleación Sn-Ag

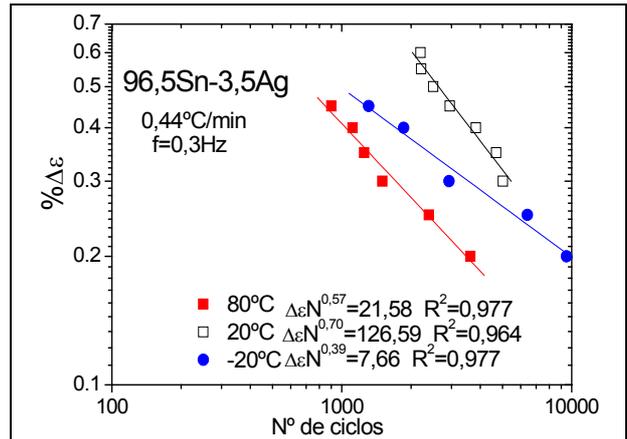


Figura 7. Efecto de la temperatura a frecuencia constante y microestructura de solidificación lenta en la aleación Sn-Ag

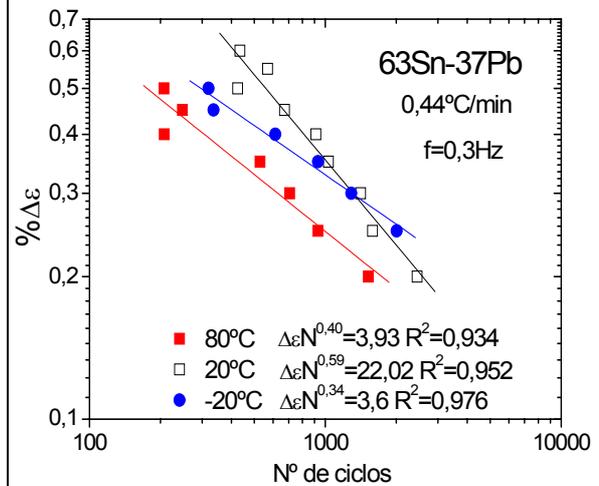


Figura 8. Efecto de la temperatura a frecuencia constante y microestructura de solidificación lenta en la aleación Sn-Pb

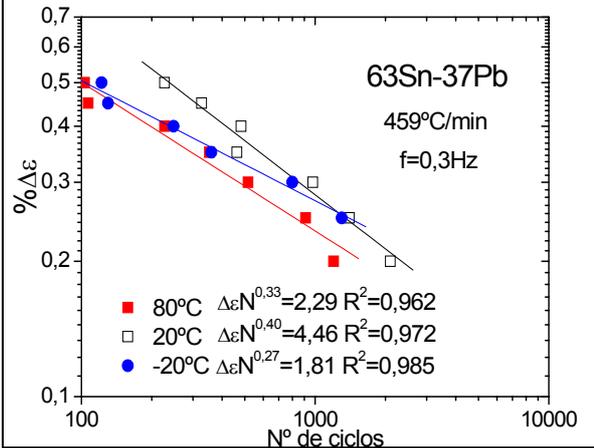


Figura 9. Efecto de la temperatura a frecuencia constante y microestructura de solidificación lenta en la aleación Sn-Pb

3.2. Efecto de la frecuencia

En las figuras 10 y 11 se muestra el efecto de la frecuencia sobre las aleaciones soldantes 63Sn-37Pb y 96.5Sn3.5Ag en ensayos de fatiga efectuados a temperatura ambiente y para microestructura de

solidificación rápida (Sn-Ag) o lenta (Sn-Pb). En los dos casos se observó que un aumento de la frecuencia empeora el comportamiento a fatiga. En el caso de la aleación de Sn-Pb, para notar el efecto de la frecuencia hubo que variarla prácticamente un orden de magnitud para notar variaciones. En cambio en la de Sn-Ag esa sensibilidad se nota con variaciones no tan severas en el valor de la frecuencia, aunque el efecto es menos marcado que en el caso de la aleación de Sn-Pb. Estos resultados coinciden con los reportados por Shi y col. [10], y seguramente, a falta del correspondiente estudio microestructural, son debidos a que a mayor frecuencia, estas aleaciones que están en estado de deformación en caliente, tienen menos tiempo para relajar y recuperar la microestructura, y el daño acumulado, y en consecuencia fallan a menor número de ciclos. El exponente de ductilidad α de las dos aleaciones *63Sn-37Pb* y *96.5Sn3.5Ag* es poco sensible a la frecuencia, pero no ocurre lo mismo con el coeficiente de ductilidad C que varía entre 11.3 y 18.97 en la aleación Sn-Ag y entre 22.01 y 9.1 en la aleación de Sn-Pb. Curiosamente el comportamiento es diferente, ya que en la aleación Sn-Ag, el coeficiente C aumenta al disminuir la frecuencia y en la de Sn-Pb disminuye.

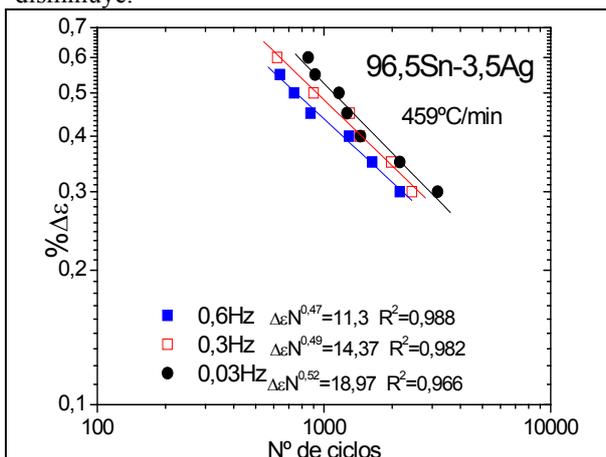


Figura 10. Efecto de la frecuencia a temperatura ambiente y misma microestructura inicial en la aleación Sn-Ag

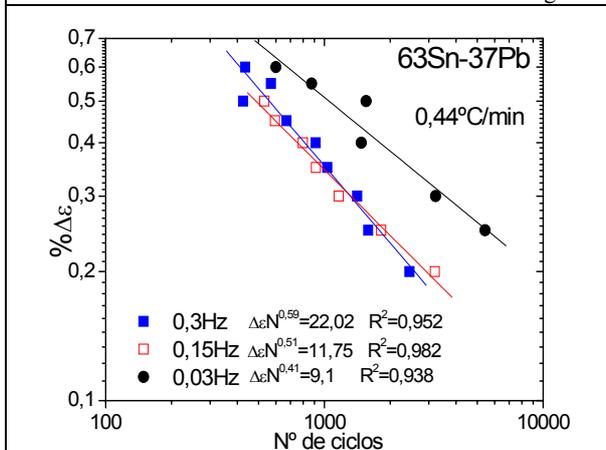


Figura 11. Efecto de la frecuencia a temperatura ambiente y misma microestructura inicial en la aleación Sn-Pb

3.3. Efecto de la microestructura

En las figuras 12 a 15 se muestra el efecto de la microestructura sobre el comportamiento a fatiga de las aleaciones soldantes *63Sn-37Pb* y *96.5Sn3.5Ag* en ensayos efectuados a dos niveles de temperatura (ambiente y 80°C). En todas las condiciones las muestras con microestructuras más finas (alta velocidad de solidificación) mostraron peor comportamiento a fatiga. Esto es particularmente cierto en ambas aleaciones cuando son ensayadas a temperatura ambiente donde hay notable diferencias en el exponente de ductilidad α en función de la microestructura, mientras que a alta temperatura los exponentes son similares. Asimismo el coeficiente de ductilidad C varía fuertemente a temperatura ambiente, y no tanto a alta temperatura. Estudios microestructurales en curso, confirmarán la causa de este hecho, que puede deberse bien a posibles defectos durante la solidificación, bien a la morfología de las fases que aparecen al solidificar fuera de equilibrio (en concreto en la aleación Sn-Ag, se observa en las muestras solidificadas rápidamente la presencia de intermetálico con morfología acusadamente acicular).

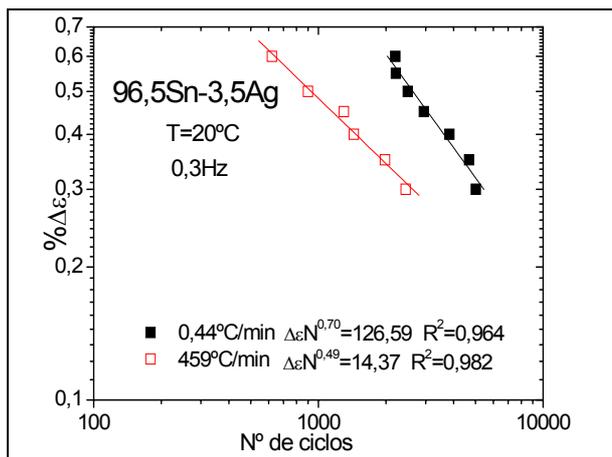


Figura 12. Efecto de la microestructura inicial a temperatura ambiente y frecuencia 0.3Hz en la aleación Sn-Ag

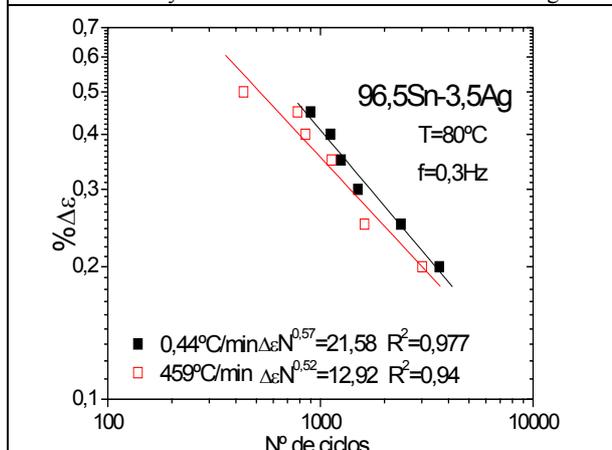


Figura 13. Efecto de la microestructura inicial a 80°C y frecuencia 0.3 Hz en la aleación Sn-Ag

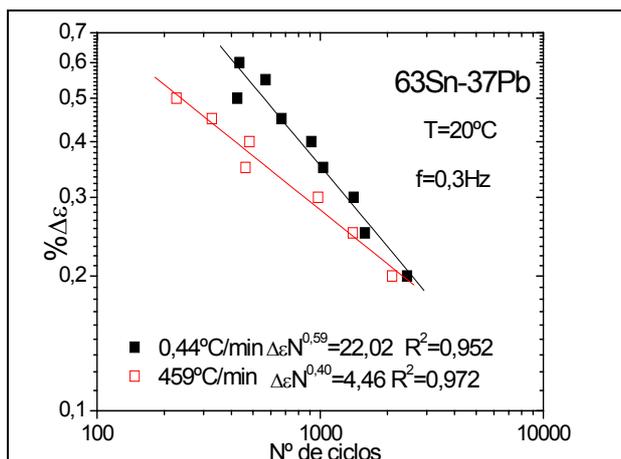


Figura 14. Efecto de la microestructura inicial a temperatura ambiente y frecuencia 0.3Hz en la aleación Sn-Pb

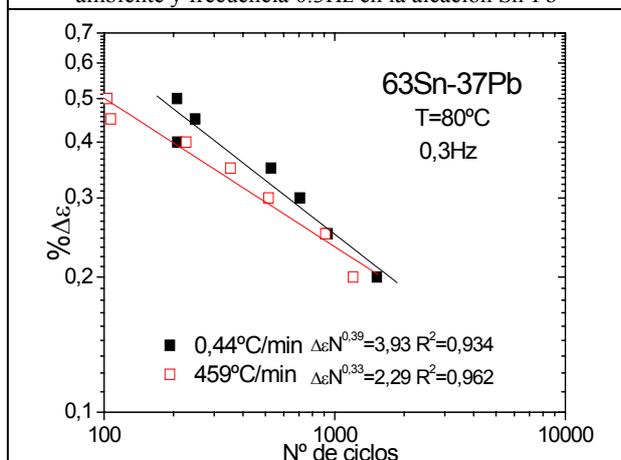


Figura 15. Efecto de la microestructura inicial a 80°C y frecuencia 0.3Hz en la aleación Sn-Pb.

4. CONCLUSIONES

Se ha estudiado el efecto de la temperatura, la frecuencia y la microestructura sobre el comportamiento a fatiga oligocíclica de las aleaciones eutécticas estaño-plomo y estaño-plata. Las conclusiones preliminares se recogen a continuación:

El comportamiento a fatiga oligocíclica de las aleaciones soldantes *63Sn-37Pb* y *96.5Sn3.5Ag* a temperaturas entre -20 , 20 , 80°C , frecuencias 0.03 , 0.15 , 0.3 , 0.6Hz y diferentes microestructuras se describe con aceptable precisión por la ecuación de Coffin-Manson.

El efecto de la temperatura no es lineal. En ambas aleaciones, al elevar la temperatura desde la temperatura ambiente se produce un empeoramiento del comportamiento a fatiga. Asimismo, al disminuir la temperatura desde la ambiente (-20°C) también se produce un empeoramiento del comportamiento.

En las dos aleaciones, un aumento de la frecuencia de ciclado produce una disminución del comportamiento a fatiga.

La microestructura del material, o en todo caso la velocidad de solidificación, también afecta al comportamiento a fatiga, en el sentido de que dan peor respuesta los materiales solidificados rápidamente.

Finalmente, a igualdad de condiciones y en todas ellas, tuvo mejor comportamiento a fatiga la aleación de Sn-Ag que la de Sn-Pb.

AGRADECIMIENTOS

La financiación de este trabajo provino de un proyecto PETRI ref. 95-0787.OP, y la colaboración de la empresa Lear Automotive.

REFERENCIAS

- [1] L.F. Coffin, Jr., Trans. ASME 76, 931 (1954).
- [2] S.S. Manson, Behavior of Materials Under Conditions of Thermal stress, Heat Transfer Symposium, University of Michigan, University of Michigan Press, pp. 9-76. (1953).
- [3] C. Kanchanomai, Y. Mutoh, Materials Science and Engineering A 381 113-120, (2004).
- [4] C. Kanchanomai, Y. Miyashita, Y. Mutoh, S.L. Mannan. Soldering and Surface Mount Technology 14 (3), 30-36, (2002).
- [5] C. Kanchanomai, Y. Miyashita, Y. Mutoh. J. Electron. Mater, 31 (5), (2002).
- [6] C. Kanchanomai, Y. Mutoh. J. Electron. Mater, 33 (4), (2004).
- [7] C. Kanchanomai, Y. Miyashita, Y. Mutoh. Internat Journal of Fatigue, 24, 671-683, (2002).
- [8] Y. Kariya, M. Otsuka. J. Electron. Mater, 27 (11), 1229 (1998).
- [9] Y. Kariya, M. Otsuka. J. Electron. Mater, 27 (7), 866 (1998).
- [10] X.Q. Shi, H.L.J. Pang, W. Zhou, and Z.P. Wang. Scripta Materialia, 41 (3) 289-296, (1999)
- [11] C. Andersson, Z. Lai, J. Liu, H. Jiang, Y. Yu. Materials Science Engineer A 394, 20-27, (2005).
- [12] J. Glazer, I. Materials Reviews Vol.40, no.2, pp.65-93, (1995).
- [13] J.M. Cabrera, J.M. Prado, A. Subirats, J.A. Cubero, Materials Science Forum, vol 442, pp 37-42, (2003).
- [14] Kariya, Y., Hirata, Y., Otsuka, M., J. Electronic Mater, Vol.28, no.11, pp.1263-1269, (1999).
- [15] M.L. Huang et al, J. Materials Research, Vol.17, no.11, pp.2897-2903, (2002).