

Anales de Mecánica de la Fractura

TEXTO DE LAS COMUNICACIONES PRESENTADAS EN EL

**XXV ENCUENTRO DEL
GRUPO ESPAÑOL DE FRACTURA**

Volúmenes I y II

Sigüenza

5, 6 y 7 de marzo de 2008

© 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: D.L. SS-800-1985
I.S.S.N: 0213-3725

Impreso en España. *Printed in Spain.*

Imprime: UNICOPIA

✉ Paseo de Manuel Lardizábal, 13
20018 Donostia – San Sebastián

☎ (+34) 943219645

Fax (+34) 943219645



Este vigésimo quinto volumen de los Anales de Mecánica de la Fractura se dedica al Profesor Manuel Elices Calafat, cofundador del [Grupo Español de Fractura](#), con motivo de su 70 cumpleaños y en agradecimiento por su permanente dedicación y ejemplo en la docencia e investigación en los campos de la Mecánica de la Fractura, la Integridad Estructural y la Ciencia e Ingeniería de los Materiales.

"No sé lo que pareceré a los ojos del mundo, pero a los míos es como si hubiese sido un muchacho que juega en la orilla del mar y se divierte de tanto en tanto encontrando un guijarro más pulido o una concha más hermosa, mientras el inmenso océano de la verdad se extendía, inexplorado frente a mí."

Isaac Newton

"El científico no estudia la naturaleza por la utilidad que le puede dar. La estudia por el gozo que le proporciona; y este gozo se debe a la belleza que hay en ella. Si la naturaleza no fuera hermosa, no valdría la pena su estudio; y si no valiera la pena conocerla, la vida no merecería ser vivida."

Henri Poincaré

EDITORIAL

Hace veinticuatro años, en el mes de febrero de 1984, algo más de una treintena de científicos e ingenieros se reunieron en el Parador de Sigüenza convocados por los profesores Manuel Elices y Manuel Fuentes. El motivo era poner en común –por primera vez en España– las experiencias y conocimientos en el campo de la Mecánica de la Fractura e impulsar la formación de un grupo especializado. Nació el [Grupo Español de Fractura](#).

Los profesores Elices y Fuentes supieron, desde sus comienzos, imprimir a los Encuentros anuales del [Grupo Español de Fractura](#) un carácter abierto y riguroso, con la vista siempre puesta en dos objetivos muy concretos: fomentar el diálogo y la participación de todos –muy en especial la de los investigadores más noveles– y buscar en cada edición la aportación especializada de conferenciantes invitados de alto nivel que revisaran un tema de actualidad.

Año tras año, la celebración anual del encuentro del [Grupo Español de Fractura](#) ha conseguido atraer un número creciente de participantes, viéndose también incrementada la calidad y repercusión de los trabajos presentados. La constitución formal de la [Sociedad Española de Integridad Estructural – Grupo Español de Fractura](#) durante el XX Encuentro, celebrado en Benicasim en 2003, ha dado un nuevo impulso a los Encuentros, y ha propiciado la realización de actividades paralelas de gran éxito como el desarrollo en los días previos al Encuentro de un curso de especialización orientado fundamentalmente a becarios y doctorandos. Estas y otras actividades dan prueba de la vitalidad y empuje del [Grupo Español de Fractura](#).

Hoy, al celebrar el [XXV Encuentro del Grupo Español de Fractura](#), volvemos a la hermosa ciudad medieval de Sigüenza para renovar nuestro compromiso con los principios que dieron origen al Grupo Español de Fractura y rendir, con nuestros trabajos e intercambios, el mejor homenaje posible a sus fundadores; ver que la semilla hace años plantada es hoy un árbol sano y frondoso.

Este Volumen de los Anales de Mecánica de la Fractura recoge las 131 comunicaciones presentadas en el Encuentro celebrado los días 5, 6 y 7 de marzo de 2008, que ha sido organizado por la Sociedad Española de Integridad Estructural-Grupo Español de Fractura en colaboración con el [Departamento de Ciencia de Materiales de la Universidad Politécnica de Madrid](#) y el [CEIT de San Sebastián](#).

En este vigésimo quinto Encuentro hemos contado con la participación de tres relevantes conferenciantes invitados, el Profesor Dr. J. F. V. Vincent, Director del Centre for Biomimetic and Natural Technologies de la Universidad de Bath (Reino Unido), el Dr. Edgar Lara-Curzio, Director del High Temperature Materials Laboratory del Oak Ridge National Laboratory (Estados Unidos), y el Profesor Dr. Vicente Sánchez Gálvez, Director del Departamento de Ciencia de Materiales de la Escuela Técnica Superior de Ingenieros de Caminos, Canales y Puertos de la Universidad Politécnica de Madrid. Al igual que en años anteriores, y gracias a la colaboración de los editores de las diferentes publicaciones, los artículos más relevantes presentados al Encuentro serán publicados en las revistas *Engineering Failure Analysis*, *Strain*, *Fatigue and Fracture of Engineering Materials and Structures* y *Journal of Strain Analysis for Engineering Design*. Una vez más agradecemos a los responsables de estas revistas su apoyo a nuestras actividades.

Los organizadores también deseamos agradecer el apoyo recibido de las entidades que han colaborado en la financiación del Encuentro, especialmente del Ministerio de Ciencia y Tecnología y del Vicerrectorado de Investigación de la Universidad Politécnica de Madrid. Tampoco olvidamos el apoyo brindado año tras año por un fiel grupo de empresas patrocinadoras: INSTRON, SEMSA-MTS-RUMUL, ZWICK-ROELL, IZASA y BIOMETA. Nuestro reconocimiento a RENFE por su ayuda como transportista oficial, y a los consorcios de investigación DUMEINPA y ESTRUMAT, y al Instituto Madrileño de Estudios Avanzados IMDEA-MATERIALES por su soporte en la organización de varias sesiones especializadas dentro del Encuentro.

Por último, no podemos olvidar mencionar al [CEIT](#), que ha coordinado la edición de los trabajos, y a todos los autores que con su esfuerzo han hecho posible la publicación de este vigésimo quinto volumen de los Anales de Mecánica de la Fractura.

Sigüenza, marzo de 2008.

Antonio Martín Meizoso
José Manuel Martínez Esnaola

Gustavo V. Guinea Tortuero
José Ygnacio Pastor Caño

ÍNDICE

VOLUMEN 1

CONFERENCIAS INVITADAS

TENACIDAD DE FRACTURA DINÁMICA V. Sánchez Gálvez.....	3
--	---

FRACTURA DE MATERIALES BIOLÓGICOS Y BIOMATERIALES

ANÁLISIS MECÁNICO DE UN BYPASS CORONARIO TÉRMINO-TERMINAL E. Claes, C. Garcia Herrera, G.V. Guinea, J.M. Bernal, J.M. Revuelta, M. Elices.....	11
EFFECTO DE LA TEMPERATURA EN LA ROTURA POR DESPEGUE DE UNA PLACA DE ATEROMA F.J. Rojo, J.M. Atienza, G.V. Guinea, M. Elices.....	17
CARACTERIZACIÓN MECÁNICA DE LAS PROPIEDADES DEL TEJIDO ÓSEO CORTICAL J. Grasa, L. A. González, M. J. Gómez Benito, J. M. García-Aznar, J. A. Bea, P. J. Laborda, M. Doblaré.....	23
ESTUDIO MICROESTRUCTURAL Y MECÁNICO DE NUEVAS ALEACIONES Ti-Nb-Hf M. González, M. Arciniegas, J. Peña, J.M. Manero, F.J. Gil.....	29
ESTUDIO DE LA INFLUENCIA DEL TRABAJO EN FRÍO EN LA ALEACIÓN Ti-21.6Hf-23.7Nb MEDIANTE NANOINDENTACIÓN INSTRUMENTADA M. González, M. Arciniegas, J. Peña, J.M. Manero, F.J. Gil.....	35
COMPARACIÓN DE LA RESISTENCIA MECÁNICA Y DISIPACIÓN DE ENERGÍA DE LA SEDA DE SEGURIDAD Y DE LA SEDA VÍSCIDA DE ARAÑA G.R. Plaza, A. Musa, J. Pérez-Rigueiro, A. Pons, G.B. Perea, M. Elices, G.V. Guinea.....	41
COMPORTAMIENTO COHESIVO MULTIESCALA EN FENÓMENOS DE BIOADHESIÓN PARA MATERIALES CON ESTRUCTURA JERÁRQUICA J.C. Suárez, M.A. Herreros, P. Pinilla, F. López, S. Miguel.....	47

FRACTURA DE MATERIALES CERÁMICOS Y PÉTREOS

ESTUDIO DE LOS MECANISMOS DE FRACTURA DURANTE LA OXIGENACIÓN DEL YBCO J.J. Roa, X.G. Capdevila, M. Segarra.....	55
COMPORTAMIENTO MECÁNICO DE NUEVOS MATERIALES CEMENTANTES, SOMETIDOS A TEMPERATURAS ELEVADAS A. Martín, J.Y. Pastor, A. Fernández-Jiménez, A. Palomo.....	61
ESTUDIO DE LA SUPERFICIE DE FRACTURA DE PROBETAS DE GRC ENSAYADAS A TRACCIÓN A. Enfedaque, V. Sánchez Gálvez.....	67
RESISTENCIA A LA PROPAGACIÓN SUBCRÍTICA DE GRIETAS EN MATERIALES COMPUESTOS ESPINELA-WOLFRAMIO T. Rodríguez-Suarez, S. Lopez-Esteban, J. Chevalier, J. S. Moya.....	73
ESTUDIO DE LAS PROPIEDADES MECÁNICAS DE COMPUESTOS $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-ZrO}_2\text{/Nb}$ MICRO-NANOESTRUCTURADOS C. F. Gutiérrez-González, R. Torrecillas, J.S. Moya, J. F. Bartolomé.....	79
EL SISTEMA $\text{ZrO}_2(\text{Y}_2\text{O}_3)\text{-TiO}_2$ EN EL ÁMBITO DE LA CERÁMICA ESTRUCTURAL E. López-López, R. Moreno, C. Baudín.....	85
DEFORMACIÓN A ALTA TEMPERATURA DE NANOCOMPOSITES $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-YAG}$ Y $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-SiC-YAG}$ OBTENIDOS POR SPS I. Álvarez, R. Torrecillas.....	91

COMPORTAMIENTO MECÁNICO DE LAMINADOS DE Al_2O_3 PRODUCIDOS POR <i>SLIP CASTING</i> SOBRE SUSTRATOS DE $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-(ZrO}_2)_x$ P. Parente, Y. Ortega, B. Savoini, M. A. Monge, A. Tucci, L. Esposito, A. J. Sánchez-Herencia.....	96
INFLUENCE OF THE ELASTIC MISMATCH ON THE HERTZIAN CONE CRACK PROPAGATION IN BRITTLE BILAYERS L. Ceseracciu, M. Anglada, E. Jiménez Piqué.....	102
ANÁLISIS DEL MODO MIXTO DE FRACTURA EN HORMIGÓN MEDIANTE UNA LEY CONSTITUTIVA DE ELEMENTOS JUNTA V. O. García Álvarez, C. M. López Garello.....	107
A NUMERICAL STUDY OF MASONRY CRACKS PART II A. M. Fathy, J. Planas, J. M. Sancho.....	113
ENERGÍA DE FRACTURA LOCAL EN HORMIGÓN. APLICACIÓN A ELEMENTOS CON SECCIONES DE ANCHO VARIABLE H. Cifuentes, F. Medina.....	119
FRACTURA DE MATERIALES METÁLICOS	
EFFECTO DE LA VELOCIDAD DE DEFORMACIÓN Y LA TEMPERATURA SOBRE LAS PROPIEDADES MECÁNICAS DE UNA ACERO DE ALTA RESISTENCIA. E. Silveira, I. Eizagirre, X. Azpiroz, C. Jiménez, A. M. Irisarri.....	127
CORROSIÓN BAJO TENSIÓN DE ACEROS ESTRUCTURALES SUMERGIDOS EN BAÑOS DE GALVANIZACIÓN J. Carpio, J. A. Casado, J.A. Álvarez, D. Méndez, F. Gutiérrez-Solana.....	133
RESPUESTA MECÁNICA BAJO SOLICITACIONES DE CONTACTO EN ACEROS RECUBIERTOS G. Ramírez, E. Tarrés, B. Casas, I. Valls, R. Martínez, L. Llanes.....	139
COMPORTAMIENTO MECÁNICO DE ALEACIONES NÓVELES DE W PRODUCIDAS POR HIP M.V. Aguirre, A. Martín, J.Y. Pastor, J. LLorca, M.A. Monge, R. Pareja.....	145
INFLUENCIA DE LA ORIENTACIÓN EN EL COMPORTAMIENTO A FATIGA Y FRACTURA DE ACEROS PERLÍTICOS PARA CARRIL M. Palacios, S. Rivera, F. J. Belzunce, R. Lezcano.....	151
ANÁLISIS DE LA FRACTURA DE UN ACERO DE BAJO CONTENIDO EN CARBONO CON GRANO NANOMÉTRICO Y ULTRAFINO OBTENIDO POR MOLIENDA MECÁNICA R. Tejedor, R. Rodríguez-Baracaldo, J.A. Benito, J.M. Cabrera, J.M. Prado.....	157
DETERMINACIÓN DEL TAMAÑO DE GRANO EFECTIVO EN LA PROPAGACIÓN DE LA FRACTURA POR CLIVAJE MEDIANTE DIFRACCIÓN DE ELECTRONES RETRODISPERSADOS R. Rodríguez-Martín, I. Ocaña, A. Martín-Meizoso.....	163
TENACIDAD DIRECCIONAL EN ACEROS PERLÍTICOS PROGRESIVAMENTE TREFILADOS B. González, J. C. Matos, J. Toribio.....	169
CARACTERÍSTICAS MECÁNICAS DE LA ALEACIÓN Ti-36wt%Nb -2wt%Ta-3wt%Zr G. Salmi, A. Muñoz, M. A. Monge, T. Leguey, R. Pareja.....	175
ENSAYOS DE TRACCIÓN EN ALEACIONES DE TITANIO PULVIMETALURGICAS DE BAJO COSTE P.G. Esteban, L. Bolzoni, E.M. Ruiz-Navas, E.Gordo.....	181
FRAGILIZACIÓN DE ACEROS DE CONSTRUCCIÓN A ALTA TEMPERATURA A. Valiente, F. J. Gómez.....	187
CORROSIÓN BAJO TENSIÓN DE UN ACERO AL CARBONO EN MEZCLAS DE BIOETANOL Y GASOLINA A. Albistur Goñi, C. Berlanga Labari, J. Fernández Carrasquilla.....	193
CONTROL DE LAS TENSIONES RESIDUALES COMO HERRAMIENTA DE MEJORA DE LOS ALAMBRES DE PRETENSADO: 1. CARACTERIZACIÓN DE LAS TENSIONES RESIDUALES J.M. Atienza, J. Ruiz-Hervías, M. Elices.....	199
CONTROL DE LAS TENSIONES RESIDUALES COMO HERRAMIENTA DE MEJORA DE LOS ALAMBRES DE PRETENSADO: 2. OPTIMIZACIÓN DE LAS PROPIEDADES MECÁNICAS J.M. Atienza, J. Ruiz-Hervías, M. Elices.....	205

ESTUDIO EXPERIMENTAL Y NUMÉRICO DEL COMPORTAMIENTO DE LÁMINAS DE ACERO SOMETIDAS A IMPACTO DE MEDIA Y ALTA VELOCIDAD J. A. Rodríguez-Martínez, A. Rusinek, R. Zaera, A. Arias, J. R. Klepaczko.....	211
MECANISMOS DE FALLO EN PLACAS DE ACERO SOMETIDAS A IMPACTO DE PROYECTILES CILÍNDRICOS, CÓNICOS Y HEMISFÉRICOS J. A. Rodríguez-Martínez, A. Rusinek, A. Arias, J. R. Klepaczko, J. Fernández-Sáez.....	217
SIMULACIÓN DEL COMPORTAMIENTO EN TOLERANCIA AL DAÑO DE ESTRUCTURAS AERONÁUTICAS M. Valle, F. J. San Millán, R. González, J. García, Á. Salamanca, S. Ulargui, F. Martín de la Escalera.....	223
OBTENCIÓN DE CURVAS J- Δa DE UNA ALEACIÓN X-750 A PARTIR DE LOS RESULTADOS DEL ENSAYO <i>RISING LOAD TEST</i> Y DE LAS CURVAS ISO- a OBTENIDAS POR MEDIO DE ELEMENTOS FINITOS D. Ferreño, S. Cicero, R. Lacalle, I. Gorrochategui, F. Gutiérrez-Solana.....	229
TENSILE PROPERTIES AND FRACTURE OF AGING HARDENED Mg-1Ca and Mg-1Ca-1Zn ALLOYS Y. Ortega, T. Leguey, R. Pareja.....	234
DIFERENCIAS ENCONTRADAS ENTRE LOS COMPORTAMIENTOS A FRACTURA DE PROBETAS FISURADAS Y PROBETAS ENTALLADAS Y SU EFECTO EN LAS EVALUACIONES DE INTEGRIDAD ESTRUCTURAL S. Cicero, F. Gutiérrez-Solana, A. J. Horn.....	238
DAÑO MICROESTRUCTURAL PRODUCIDO EN COLONIAS DE PERLITA COMO CONSECUENCIA EXCLUSIVA DEL PROCESO DE TREFILADO F. J. Ayaso, J. Toribio.....	248
FRACTURA DE MATERIALES POLÍMEROS	
COMPORTAMIENTO MECÁNICO DE MATERIALES COMPUESTOS NANOREFORZADOS EPOXI/NANOFIBRAS DE CARBONO R. Chaos-Morán, M.R. Gude, M.D. Escalera, A. Ureña.....	257
INFLUENCIA DE UN TRATAMIENTO TÉRMICO SOBRE EL COMPORTAMIENTO A FRACTURA DEL POLI (ÁCIDO LÁCTICO) M.Ll. Maspoch, L. Nascimento, J. Gamez-Perez, O. Santana.....	263
COMPORTAMIENTO A LA FRACTURA DE MATERIALES PARA LENTES OFTÁLMICAS A. B. Martínez, P. Artús, J. C. Dürsteter, D. Arencón.....	269
TRABAJO ESENCIAL DE FRACTURA DE LÁMINAS DE POLICARBONATO MODIFICADO MEDIANTE EXTRUSIÓN REACTIVA CON PET A. Al-Jabareen, S. Illescas, M. Sánchez-Soto, O. O. Santana.....	275
MÉTODOS DE CARACTERIZACIÓN DEL COMPORTAMIENTO EN FRACTURA DE POLIPROPILENO A. Salazar, J. Rodríguez.....	281
EFFECTO DEL SECADO EN EL COMPORTAMIENTO DE LA POLIAMIDA REFORZADA CON FIBRA DE VIDRIO S. Diego, J. A. Casado, I. A. Carrascal, J. A. Polanco, F. Gutiérrez-Solana.....	287
MODELIZACIÓN NUMÉRICA DE LA ROTURA EN MATERIALES COMPUESTOS POR DAÑO EN LA MATRIZ Y DECOHESIÓN DE LAS FIBRAS L. P. Canal, J. Segurado, J. LLorca.....	293
SIMULACIÓN DEL FALLO DE MATERIALES COMPUESTOS DE MATRIZ POLIMÉRICA REFORZADOS CON FIBRA. FAILURE SIMULATION IN LAMINATES OF FIBER-REINFORCED COMPOSITES S. Sádaba, C. González, J. LLorca.....	299
ANÁLISIS DEL COMPORTAMIENTO A IMPACTO-INDENTACIÓN DE MATERIALES POLIMÉRICOS MEDIANTE EL MÉTODO DE ELEMENTOS FINITOS L. Aretxabaleta, J.I. Múgica, J. Aurrekoetxea, M. Mateos, G. Castillo, I. Urrutibiascoa, A.B. Martínez.....	305
MATERIALES AUTORREPARANTES C. Elizetxea, M. A. Mendizabal, S. Flórez, C. Jiménez, A. M. Irisarri.....	311
CARACTERIZACIÓN A FRACTURA DE POLÍMEROS DÚCTILES MEDIANTE MÉTODOS BASADOS EN LA SEPARACIÓN DE LA CARGA C. Rodríguez, M. Ll. Maspoch, F.J. Belzunce.....	317

FATIGA E INTERACCIÓN CON EL MEDIO AMBIENTE

INFLUENCIA DEL ÁNGULO DE ENTRADA EN LA HILERA DE TREFILADO SOBRE LA FRAGILIZACIÓN POR HIDRÓGENO DE ACEROS DE PRETENSADO M. Lorenzo, V. Kharin, J. Toribio.....	325
INFLUENCIA DE LA MICROESTRUCTURA PERLÍTICA EN EL COMPORTAMIENTO EN FATIGA PARA DISTINTOS FACTORES R J.C. Matos, B. González, F.J. Ayaso, J. Toribio.....	331
EVOLUCIÓN GEOMÉTRICA DE LA ZONA TTS CON EL TIEMPO DE EXPOSICIÓN AL HIDRÓGENO D. Vergara, R. Gil, J. Toribio.....	337
COMPORTAMIENTO MECÁNICO DE ACEROS PERLÍTICOS ESFEROIDIZADOS EN CONDICIONES AMBIENTALES ANÓDICAS Y CATÓDICAS D. Vergara, P. Fernández, J.J. Martín, J. Toribio.....	343
MODELO MICROMECAÍNICO DE CRECIMIENTO DE GRIETAS PEQUEÑAS POR FATIGA: UNA APROXIMACIÓN BASADA EN DOS CONDICIONES UMBRALES C. Vallengano, J. Vázquez, A. Navarro, J. Domínguez.....	349
UTILIZACIÓN DE LA INTERFEROMETRÍA SPECKLE EN LA DETECCIÓN PRECOZ DE FALLOS POR FATIGA EN ACEROS DE ALTA RESISTENCIA R. Rodríguez-Martín, I. Castro, I. Ocaña, J. M. Martínez-Esnaola.....	355
MODELOS DE PLANO CRÍTICO EN FATIGA BIAxIAL: PREDICCIÓN DE LA ORIENTACIÓN DE LA GRIETA B. Moreno, J. Zapatero, A. Rodríguez.....	361
COMPORTAMIENTO A FATIGA DE ARMADURAS DE REFUERZO DE ACERO INOXIDABLE DÚPLEX SOMETIDAS A SHOT-PEENING E. Real, C. Rodríguez, F.J. Belzunce, A.F. Canteli.....	367
EVALUACIÓN DE LAS CURVAS S-N-P EN EL ENSAYO DE FATIGA EN FLEXIÓN EN CUATRO PUNTOS M. Toledano, M. A. Arenas, A. Donado, A. Monsalve, L. Ramirez, A. Conde.....	373
NON PROPORTIONAL LOADING EFFECTS ON FATIGUE CRACK INITIATION AND CRACK GROWTH PATH L. Reis, M. Freitas, B. Li.....	379
CÁLCULO DE TENSIONES EN ESTRUCTURAS MEDIANTE ANÁLISIS MODAL OPERACIONAL P. Fernández, M. López Aenlle, R. Brincker, A. Fernández Canteli, A. Sendín Alvarez.....	385
COMPORTAMIENTO A FATIGA DEL ACERO ESTRUCTURAL S355-J0 A. Sendín Álvarez, M. López Aenlle, P. Fernández Fernández, S. Núñez Carreira.....	391
APLICACIÓN DEL ANÁLISIS DINAMO-MECÁNICO A LA DETERMINACIÓN DE LAS CONDICIONES CRÍTICAS EN FATIGA DE MATERIALES POLIMÉRICOS I. Carrascal, J. A. Casado, J. A. Polanco, F. Gutiérrez-Solana.....	397
RESIDUAL STRESSES ANALYSIS OF Nd-YAG LASER WELDED JOINTS J.M. Costa, J.T.B. Pires, F. Antunes, J.P.Nobre, L.P. Borrego.....	403
FATIGUE CRACK GROWTH IN ALUMINIUM ALLOYS L. P. Borrego, J. M. Costa, F.V. Antunes, J. M. Ferreira.....	409
REPARACIÓN ESTRUCTURAL DE LA ALEACIÓN DE ALUMINIO 2024-T3 MEDIANTE PARCHES DE GLARE A. Monsalve, D.Peña, A. Artigas.....	415
TRATAMIENTOS CRIOGÉNICOS SOBRE EL ACERO F1560 CEMENTADO PARA LA MEJORA DE PROPIEDADES A FATIGA M. Preciado, M. Solaguren-Beascoa, P. M. Bravo, J. M. Alegre.....	421

VOLUMEN 2

MÉTODOS ANALÍTICOS Y NUMÉRICOS

SIMULACIÓN NUMÉRICA DE LA RESISTENCIA A COMPRESIÓN DESPUÉS DE IMPACTO EN PANELES I. Armendáriz Benítez, J. López Díez, M. Chimeno Manguán.....	427
SIMULACION DE PANELES DAÑADOS EN MODELOS ESTRUCTURALES GLOBALES M. Chimeno Manguán, J. López Díez, I. Armendáriz Benítez.....	433
MODELO NUMÉRICO PARA PROBLEMAS DE FRACTURA EN MATERIALES COMPUESTOS MAGNETOELECTROELÁSTICOS BAJO CARGA DINÁMICA ARMÓNICA A. Sáez, R. Rojas, F. García.....	439
FORMULACIÓN DEL MÉTODO DE LOS ELEMENTOS DE CONTORNO PARA PROBLEMAS DINÁMICOS TRANSITORIOS DE FRACTURA EN SÓLIDOS MAGNETOELECTROELÁSTICOS F. García Sánchez, R. Rojas Díaz, A. Sáez Pérez.....	445
EFFECTO DE LA CONCENTRACIÓN DE HIDRÓGENO EN LA RED DE HIERRO BCC POR CÁLCULOS AB-INITIO J. Sánchez, P. de Andrés, J. Fullea, C. Andrade.....	451
UNA NUEVA DEFINICIÓN DEL FACTOR DE INTENSIDAD DE TENSIONES EN ENTALLAS EN U EN MODO MIXTO F.J. Gómez, M. Elices, F. Berto, P. Lazzarin.....	457
PLASTICIDAD DISCRETA EN CRISTALES M. P. Ariza, M. Ortiz, A. Ramasubramanian.....	463
ESTUDIO DE LA EVOLUCIÓN DE NANO HUECOS A TEMPERATURA FINITA EN CRISTALES METÁLICOS MEDIANTE EL MÉTODO CUASICONTINUO C. Arévalo, M. P. Ariza, M. Ortiz, J. Knap, J. Marian.....	468
PROPIEDADES TERMO-ELÁSTICAS Y DE FRACTURA DE DIVERSAS ESTRUCTURAS DE CARBONO SIMULADAS MEDIANTE DINÁMICA MOLECULAR A. Luque, J. Aldazabal, J.M. Martínez-Esnaola, J. Gil Sevillano.....	474
EFFECTO DE LA FRICCIÓN SOBRE LA SOLUCIÓN ELÁSTICA DE UNA GRIETA CIRCULAR EN LA INTERFASE ENTRE DOS SEMIESPACIOS E. Graciani, V. Mantić, F. París.....	480
CÁLCULO DE LA INTEGRAL J EN PROBETAS SPT PARA LA ESTIMACIÓN DE LA TENACIDAD A FRACTURA I.I. Cuesta, J.M. Alegre, R. Lacalle, J.A. Alvarez, F. Gutiérrez-Solana.....	486
DETERMINACIÓN DE LOS PARAMETROS ELASTOPLÁSTICOS Y DE DAÑO MEDIANTE MÉTODOS INVERSOS SOBRE ENSAYOS SPT I. Peñuelas, I. I. Cuesta, C. Betegón, C. Rodriguez, F. J. Belzunce.....	492
UN MODELO DE DISCONTINUIDADES FUERTES PARA LA SIMULACIÓN NUMÉRICA DE LA FRACTURA DE PIEZAS DE HORMIGÓN ARMADO EN TRES DIMENSIONES G. Díaz, J. Oliver, O. L. Manzoli, A. E. Hueste.....	498
MEJORA DE LA ESTIMACIÓN DE LOS FACTORES DE INTENSIDAD DE TENSIONES MEDIANTE XFEM CON ELEMENTOS DE TRANSICIÓN CORREGIDOS J. E. Tarancón, A. Vercher, E. Giner, F. J. Fuenmayor.....	504
COMPORTAMIENTO AL IMPACTO DE MATERIALES PARA LENTES OPTÁLICAS P. Artús, J. C. Dürsteler, A. B. Martínez, A. Segovia.....	510

MODELADO CON CONTACTO DE CARAS DE GRIETA DE PROBLEMAS DE FRETING-FATIGA MEDIANTE X-FEM M. Sabsabi, E. Giner, M. Tur, F. J. Fuenmayor.....	516
SOBRE LA TENSIÓN T Y SU RELACIÓN CON EL ANÁLISIS DE PÉRDIDA DE CONSTRUCCIÓN D. Fernández Zúñiga, J. Fernández Sáez, A. Fernández Canteli.....	522
MODELO GENERAL DE REGRESIÓN PARA EL ANÁLISIS DE RESULTADOS DE CURVAS E-N A. Fernández Canteli, E. Castillo Ron, H. Pinto, M. López Aenlle.....	530
PLASTICITY-INDUCED FATIGUE CRACK CLOSURE IN HIGH-STRENGTH STEELS: REALITY OR ARTIFACT? J. Toribio, V. Kharin.....	536
FRACTURA INTERGRANULAR EN BICRISTALES DE COBRE ENFRAGILIZADOS. EFECTO DE LA ORIENTACIÓN CRISTALINA D. González, J. M. Martínez-Esnaola, J. Gil Sevillano.....	542
SOBRE LA ESTIMACIÓN DE LA VIDA A FATIGA EN ENTALLAS DIFERENCIANDO LAS ETAPAS DE INICIACIÓN Y PROPAGACIÓN DE GRIETAS J. Vázquez Valeo, C. Navarro Pintado, J. Domínguez Abascal.....	548
INFLUENCIA DE LA LONGITUD DE INICIACIÓN EN LAS PREDICCIONES DE VIDA A FATIGA POR FRETING C. Navarro, S. Muñoz, J. Domínguez.....	554
SIMULACIÓN CON ELEMENTOS FINITOS DE PROPAGACIÓN DE GRIETAS EN MATERIALES COMPUESTOS R. González Aguado, I. Armendáriz Benítez, J. García Martínez, F. García Peláez, J. San Millán Fiel.....	560
MODELADO DEL CRECIMIENTO DE UNA GRIETA EN MODO I A LO LARGO DE UNA INTERFAZ DÉBIL MEDIANTE EL MEC. APLICACIÓN AL ENSAYO DE FRACTURA INTERLAMINAR DE MATERIALES COMPUESTOS L. Távara, V. Mantič, E. Graciani, J. Cañas, F. París.....	566
SEGURIDAD Y DURABILIDAD DE ESTRUCTURAS	
LA INFLUENCIA DE LAS CENIZAS VOLANTES COMO SUSTITUTO PARCIAL DEL CEMENTO PÓRTLAND EN LA DURABILIDAD DEL HORMIGÓN: PROPIEDADES FÍSICAS, DIFUSIÓN DEL IÓN CLORURO Y DEL DIÓXIDO DE CARBONO O. I. Molina Bas, A. Moragues Terrades, J. C. Gálvez Ruiz.....	575
PERMEABILIDAD Y POROSIDAD EN HORMIGONES AUTOCOMPACTANTES E. B. Bermejo Núñez, A. Moragues Terrades, J. C. Gálvez Ruiz, M. Fernández Cánovas.....	581
CARACTERIZACIÓN DE LA DURABILIDAD DEL HORMIGÓN SOMETIDO A CICLOS HIELO DESHIELO MEDIANTE MODELOS MICROMECAÑICOS M. Acebes, Ghaida Al-Assadi, T. Sánchez, M. G. Hernández.....	587
ALTERACIÓN DE LAS PRESTACIONES MECÁNICAS DE LAS ARMADURAS POR EXPOSICIÓN A ELEVADAS TEMPERATURAS. C. Alonso, C. Bouteloup, M. Sanchez, F.J. Recio.....	593
TRANSPORTE DE CLORUROS EN ELEMENTOS DE HORMIGÓN PRETENSADO C. Alonso, M. Sánchez, F. J. Recio.....	599
EVALUACIÓN DEL RIESGO DE FRAGILIZACIÓN DE TENDONES GALVANIZADOS EN CONTACTO CON HORMIGÓN. INFLUENCIA DE LA CAPA DE GALVANIZADO F.J. Recio, L. Gaillet, M.C. Alonso, M. Sánchez.....	605
ANÁLISIS DE LA VELOCIDAD DE DEFORMACIÓN LOCAL EN EL FONDO DE UNA FISURA REDONDEADA E. A. Jáñez, J. Toribio.....	611
PANDEO DE UNA COLUMNA CORTA DE CHAPA A. Martín-Meizoso, J.M. Martínez-Esnaola.....	617
MODELIZACIÓN CON ELEMENTOS FINITOS DE LA FISURACIÓN EN EL HORMIGÓN CAUSADA POR LA CORROSIÓN DE LAS ARMADURAS B. Sanz, J. Planas, A.M. Fathy, J.M. Sancho.....	623

INFLUENCIA DE LAS CONDICIONES DE CURADO EN EL COMPORTAMIENTO DEL HORMIGÓN SOMETIDO A CICLOS HIELO-DESHIELO G. Al-Assadi, M. J. Casati, J. Fernández, J. C. Gálvez.....	629
DEGRADACIÓN ACELERADA DE MORTEROS EN MEDIOS AGRESIVOS ARTIFICIALES DE ORIGEN AGROPECUARIO R. Antón, L. Pereira, E. Sánchez, A. Moragues.....	635
INFLUENCIA DE LA ESTRUCTURA POROSA DE HORMIGONES UTILIZADOS EN AMBIENTES MARINOS FRENTE AL TRANSPORTE GENERADO POR GRADIENTE DE PRESIÓN S. M. Abdelkader, A. Moragues Terrades, E. Reyes Pozo.....	641

TÉCNICAS EXPERIMENTALES

OBSERVACIÓN A TRAVÉS DEL MICROSCOPIO DE FUERZA ATÓMICA DEL PROCESO DE INICIACIÓN DE LA CORROSIÓN EN UN ACERO DE ALTA RESISTENCIA J. Sánchez, J. Fulla, C. Andrade, I. Galán, J. J. Gaitero, A. Porro.....	649
A NEW DROP WEIGHT IMPACT MACHINE FOR STUDYING FRACTURE PROCESS IN STRUCTURAL CONCRETE X. X. Zhang, G. Ruiz, Rena C. Yu.....	655
DETECCIÓN DE DAÑO EN ACERO ESTRUCTURAL SOMETIDO A DIFERENTES ESTADOS DE CARGA MEDIANTE TERMOGRAFÍA POR INFRARROJOS C. Gómez, M. Canales, S. Calvo, J.L. Núñez.....	660
INFLUENCE OF THE THICKNESS OF THE COMPRESSION HEAD ON THE FRACTURE OF REINFORCED CONCRETE T-BEAMS L. C. de Almeida, G. Ruiz.....	666
HACIA EL CÁLCULO DE INCERTIDUMBRES DE MEDIDA EN FOTOELASTICIMETRÍA M. Solaguren-Beascoa, M. Preciado, J. M. Alegre, P. M. Bravo.....	671
CARACTERIZACIÓN DE UN COMPOSITE TERMOPLÁSTICO REFORZADO CON TEJIDO DE FIBRA DE VIDRIO MEDIANTE EL ENSAYO MINIATURA DE PUNZONAMIENTO M. A. García, J. Viña, A. Argüelles, I. Viña.....	677
INCREMENTO TÉRMICO ASOCIADO A LA DEFORMACIÓN PLÁSTICA EN ENSAYOS DE COMPRESIÓN DE PROBETAS METÁLICAS R Guzmán, J. L. Pérez Castellanos.....	683
ESTIMACIÓN DE LA TENACIDAD A FRACTURA A PARTIR DE PROBETAS “SMALL PUNCH” ENTALLADAS R. Lacalle, J. A. Álvarez, J. García, F. Gutiérrez-Solana.....	689
MEDIDA DE LA TENACIDAD DE FRACTURA DINÁMICA DE UN ACERO DE BLINDAJE DE ALTA RESISTENCIA F. Gálvez, D. Cendón, A. Enfedaque, V. Sánchez-Gálvez.....	695
MEDIDA DE LA ENERGÍA DE FRACTURA ADHESIVA EN MODO MIXTO PARA ADHESIVOS ELASTOMÉRICOS Y SU INFLUENCIA SOBRE LAS CONDICIONES DE FALLO POR PANDEO LOCAL EN MATERIALES HÍBRIDOS FIBRA-METAL J.C. Suárez, F. López, S. Miguel, P. Pinilla, M.A. Herreros.....	701
SISTEMA PHASED ARRAY INTEGRADO DE BAJA FRECUENCIA PARA LA MONITORIZACIÓN DE ESTRUCTURAS RIGIDIZADAS DE MATERIAL COMPUESTO F. Martín de la Escalera, C. Pérez Melguizo, V. Cokonaj.....	707

APLICACIONES Y CASOS PRÁCTICOS EN INGENIERÍA

RELACIÓN ENTRE LA RESISTENCIA A COMPRESIÓN OBTENIDA CON PROBETAS CÚBICAS Y CILÍNDRICAS DE VARIOS TAMAÑOS EN HORMIGONES DE ALTA RESISTENCIA J. R. del Viso, G. Ruiz, J. R. Carmona, R. Porras-Soriano.....	719
MODELIZACIÓN DEL AVANCE DE FISURAS SUPERFICIALES EN ALAMBRES SOMETIDOS A CARGAS CÍCLICAS J.C. Matos, B. González, J. Escudra, J. Toribio.....	724
COMPORTAMIENTO EN FATIGA DE MEZCLAS BITUMINOSAS EN CALIENTE PARA REFUERZO DE FIRMES R. Tino, B. González, J. Toribio.....	730

INFLUENCIA DEL TRATAMIENTO SUPERFICIAL DE UN MICRONIZADO DE MICA SOBRE LAS PROPIEDADES DE SU COMPOSITE EPOXÍDICO A.Valea, I. Mondragón, M. L. González.....	736
COMPOSITES DE MEZCLAS PP/LDPE REFORZADOS CON FIBRAS CORTAS A. Valea, B. González, I. Mondragón, M. L. González.....	742
ALEACIONES DE POLIPROPILENO (PP) Y POLIETILENTEREFTALATO (PET) RECICLADOS Y ESTUDIO DE SUS PROPIEDADES A. Valea; F. J. Juanes; J. C. Miguez; M. L. González.....	748
MODIFICACION DE RESINAS EPOXÍDICAS CON POLICARBONATO A. Valea, I. Mondragón, B. González, M. L. González.....	753
DAMAGE EVALUATION AND REPAIR OF COMPOSITE STRUCTURES G. Savage, M. Oxley.....	758
ESTUDIO DE LAS CAUSAS DE LA ROTURA PREMATURA DE UN VENTILADOR EÓLICO E. Silveira, A. M. Irisarri.....	769
FRACTURA FRÁGIL DE UN GANCHO DE GRUA Y. Torres, J. M. Gallardo, J. Domínguez.....	775
EFECTO DE LA GEOMETRÍA DE PROBETA EN LA “MASTER CURVE” M. Serrano, J. Lapeña, A. Moreno.....	781
MODELO NUMÉRICO PARA ANALIZAR EL COMPORTAMIENTO A PANDEO DE PANELES ESBELTOS DE HORMIGÓN ARMADO J. R. Carmona, G. Ruiz, R. Porras-Soriano.....	787
INFLUENCE OF THE LOADING RATE ON THE MEASUREMENT OF THE FRACTURE ENERGY OF A HIGH STRENGTH CONCRETE G. Ruiz, X.X. Zhang, J.R. Del Viso, R.C. Yu, J.R. Carmona.....	793
DISEÑO DE VASIJAS A ALTA PRESIÓN (>6000 bar) MEDIANTE LA TÉCNICA DEL ENROLLAMIENTO J. M. Alegre, P. Bravo, M. Preciado, M. Solaguren-Beascoa.....	799
ANÁLISIS DE FALLO DEL EJE DEL REDUCTOR DE UN APARATO ELEVADOR S. Cicero, R. Cicero, R. Lacalle, G. Díaz, D. Ferreño.....	805
ÍNDICE TEMÁTICO	813
ÍNDICE DE AUTORES	819

EDITORIAL	◆
CONFERENCIAS INVITADAS	◆
FRACTURA DE MATERIALES BIOLÓGICOS Y BIOMATERIALES	◆
FRACTURA DE MATERIALES CERÁMICOS Y PÉTREOS	◆
FRACTURA DE MATERIALES METÁLICOS	◆
FRACTURA DE MATERIALES POLÍMEROS	◆
FATIGA E INTERACCIÓN CON EL MEDIO AMBIENTE	◆
MÉTODOS ANALÍTICOS Y NUMÉRICOS	◆
SEGURIDAD Y DURABILIDAD DE ESTRUCTURAS	◆
TÉCNICAS EXPERIMENTALES	◆
APLICACIONES Y CASOS PRÁCTICOS EN INGENIERÍA	◆
ÍNDICE TEMÁTICO	◆
ÍNDICE DE AUTORES	◆

TENACIDAD DE FRACTURA DINÁMICA

V. Sánchez Gálvez¹

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.
E-mail: vsanchez@mater.upm.es

RESUMEN

Los fenómenos de impacto son ejemplos claros de fractura de materiales. El análisis de estos fenómenos se lleva a cabo mediante simulación numérica. En los códigos numéricos de simulación, el comportamiento mecánico de los materiales se modeliza a través de ecuaciones constitutivas. Como criterio de rotura se utilizan expresiones basadas en la acumulación de daño, medido en función de la deformación plástica equivalente o de la energía plástica. El uso de estas ecuaciones, en algunas ocasiones proporciona resultados totalmente discrepantes con las pruebas reales en la simulación del daño producido por explosiones. El efecto de una explosión sobre un elemento, es una región extensa y puede alcanzar al elemento completo. En estas circunstancias, la fractura puede aparecer en puntos donde existan defectos o grietas naturales o artificiales. Así pues la simulación numérica de elementos sometidos a explosiones debe incluir el cálculo en fractura, en los que es preciso determinar la tenacidad de fractura dinámica. Esta comunicación presenta una metodología de medida de la tenacidad de fractura dinámica K_{Ic}^C numérico-experimental, útil y necesaria en la simulación del efecto de explosiones sobre elementos estructurales.

ABSTRACT

Impact phenomena are examples of materials fracture. Their analysis is being performed by numerical simulation. Mechanical behaviour of materials is modelled in hydrocodes by constitutive equations. Rupture criteria used to be expressions based on damage amount, function of plastic strain or plastic energy. The utilization of those equations lead sometimes to results different to those obtained in experimental tests of blast damage. Blast effect on an element is a wide zone, that could be extended to the whole element. In such conditions, rupture may happen in areas with flaws or cracks. Therefore, numerical simulation of blast effect on elements ought to include fracture analysis, that require the knowledge of dynamic fracture toughness. This paper shows a methodology to measure dynamic fracture toughness numerical/experimental necessary for numerical simulation of blast effect on structural elements.

PALABRAS CLAVE: Tenacidad de fractura dinámica, metodología de ensayo, barra Hopkinson, flexión en tres puntos.

1. INTRODUCCIÓN

La Mecánica de la Fractura busca la respuesta a la cuestión de determinar las acciones que ocasionan la rotura de un elemento o componente estructural. En condiciones estáticas, el criterio de rotura más simple establece que un componente fisurado se rompe cuando el factor de intensidad de tensiones K_I alcanza el valor de la tenacidad de fractura del material K_{Ic} .

Sin embargo, existen numerosas situaciones en las que los elementos estructurales se rompen bajo la acción de cargas impulsivas, desde el caso del choque de vehículos hasta el del impacto de objetos desprendidos por la acción de un tornado, pasando por los efectos del impacto de proyectiles o de explosiones.

En estos casos, la iniciación de la propagación de una fisura tiene lugar en condiciones transitorias de tensión,

de forma que el factor de intensidad de tensiones es dependiente del tiempo y de la velocidad de sollicitación, $K_{Ic}(t)$ y la tenacidad de fractura que debe utilizarse como criterio de rotura es la tenacidad de fractura dinámica K_{Ic}^C .

Sin embargo, a pesar de la importancia práctica de este análisis, la iniciación dinámica de fisuras ha recibido poca atención de los investigadores y de hecho los tratados existentes sobre Fractura Dinámica tratan casi exclusivamente sobre aspectos relacionados con la velocidad de propagación de fisuras y muy raramente consideran la iniciación dinámica de fisuras [1,2]

2. MÉTODOS DE ANÁLISIS DE PROCESOS DE ROTURA DINÁMICA

El análisis del comportamiento de un elemento estructural sometido a cargas impulsivas, como es por

ejemplo el caso del impacto balístico, puede llevarse a cabo por métodos empíricos, analíticos o numéricos. [3]

Los métodos empíricos se basan en la realización de pruebas experimentales reales (pruebas de fuego), que proporcionan una información escasa del fenómeno y que generalmente son costosas en tiempo y dinero.

Los modelos analíticos utilizan expresiones simplificadas, de las fuerzas que actúan sobre los sólidos involucrados en el proceso y asimismo emplean criterios de rotura simples de los materiales para deducir expresiones sencillas de las velocidades de penetración, perforación, límite balístico, etc. Estos modelos son útiles para estudiar casos concretos con rapidez pero tienen escasa capacidad predictiva, pues solamente están validados para un determinado tipo de impacto.

Los métodos numéricos se basan en la utilización de programas de simulación (hidrocódigos) basados en el método de los elementos finitos o de las diferencias finitas. En este caso se discretiza el problema tanto en el espacio como en el tiempo y se simula el proceso utilizando potentes ordenadores. La capacidad predictiva de los hidrocódigos implica disponer de modelos fiables del comportamiento de los materiales involucrados. Un modelo completo requiere determinar la ecuación de estado (EOS) del material que relaciona la presión, el volumen específico y la energía interna; la ecuación constitutiva que relaciona las tensiones y deformaciones desviadoras en función de la velocidad de deformación y de la temperatura y finalmente el criterio de rotura del material, función asimismo de la velocidad de deformación y de la temperatura [4].

Los métodos numéricos proporcionan una gran cantidad de información del proceso (historias de tensión, deformación, temperatura, mapas de velocidades, aceleraciones, regiones dañadas, etc.) y son mucho menos costosos en tiempo y dinero que las pruebas de fuego reales. Por todo ello, y teniendo en cuenta los grandes avances en capacidad y rapidez de cálculo experimentados por los ordenadores en los últimos años, la simulación numérica se ha convertido en una herramienta casi imprescindible para el análisis del comportamiento de elementos estructurales sometidos a cargas impulsivas.

3. CRITERIOS DE ROTURA DINÁMICA DE MATERIALES

En los hidrocódigos existentes, el material es considerado un medio continuo homogéneo, ausente de defectos, es decir, se supone que las propiedades mecánicas son idénticas de un punto a otro del material. En estas condiciones, el material rompe en los puntos más solicitados y la rotura progresa a medida que en otros puntos del elemento se alcanzan las tensiones o deformaciones que especifica el criterio de rotura utilizado.

Las ecuaciones constitutivas más utilizadas para simular el comportamiento de los materiales a altas velocidades

de deformación son las de Johnson-Cook [5] y Zerilli-Armstrong [6.]

La ecuación de Johnson-Cook es una expresión empírica que relaciona la tensión efectiva (tensión de Von Mises) σ con la deformación efectiva ϵ :

$$\sigma = (A + B \epsilon^n) (1 + C \ln \dot{\epsilon}^*) (1 - T^{*m}) \quad (1)$$

donde $\dot{\epsilon}^* = \dot{\epsilon} / \dot{\epsilon}_0$ es la velocidad de deformación adimensional con $\dot{\epsilon}_0 = 1 \text{ s}^{-1}$ y T^* es un parámetro definido como

$$T^* = \frac{T - T_r}{T_f - T_r} \quad (2)$$

Siendo T la temperatura actual del punto considerado, T_r la temperatura ambiente y T_f la temperatura de fusión del material. Finalmente A , B , C , n y m son constantes empíricas.

El modelo de Zerilli-Armstrong es una relación entre tensiones y deformaciones efectivas deducido a partir de las ecuaciones de la dinámica de dislocaciones. Tiene por tanto un mayor fundamento físico. Para materiales cúbicos centrados en las caras (FCC) la expresión es

$$\sigma = C_0 + C_2 \epsilon^n [\exp(-C_3 T + C_4 T \ln \dot{\epsilon})] \quad (3)$$

mientras que para materiales cúbicos centrados (BCC) la expresión resulta

$$\sigma = C_0 + C_1 [\exp(-C_3 T + C_4 T \ln \dot{\epsilon})] + C_5 \epsilon^n \quad (4)$$

Como en el caso anterior, σ es la tensión efectiva, ϵ es la deformación efectiva, $\dot{\epsilon}$ la velocidad de deformación, T la temperatura absoluta y C_0 , C_1 , C_2 , C_3 , C_4 , C_5 y n , constantes experimentales.

Algunos autores han encontrado una mayor concordancia con el comportamiento experimental cuando utilizan la ecuación de Zerilli-Armstrong que con la expresión de Johnson-Cook, mientras que otros autores han encontrado lo contrario. La ventaja del modelo de Johnson-Cook es que muchos hidrocódigos comerciales incluyen sus ecuaciones en el programa y existen datos experimentales de las constantes del modelo para un gran número de materiales de interés en ingeniería.

Además de las expresiones referidas, se han propuesto numerosas ecuaciones constitutivas para simular el comportamiento de los materiales a altas velocidades de deformación. No obstante, las distintas expresiones propuestas, aunque más ajustadas al comportamiento real para algunos materiales concretos, no han llegado a utilizarse fuera del ámbito de los propios autores de las mismas.

En cuanto a criterios de rotura, Hancock y Mackenzie [7] propusieron el siguiente criterio:

$$\varepsilon_f = \varepsilon_n + A \exp\left\{-1,5 \frac{\sigma_m}{\sigma}\right\} \quad (5)$$

donde ε_f es la deformación de rotura, ε_n es la deformación para nucleación de cavidades, σ la tensión efectiva, σ_m la tensión hidrostática y A una constante empírica.

Johnson-Cook [8] generalizaron el criterio de Hancock y Mckenzie para considerar la influencia de la velocidad de deformación y de la temperatura. La expresión que proponen es:

$$\varepsilon_f = \left[D_1 + D_2 \exp\left(D_3 \frac{\sigma_m}{\sigma}\right) \right] \left(1 + D_4 \ln \dot{\varepsilon}^* \right) \left(1 + D_5 T^* \right) \quad (6)$$

donde $\dot{\varepsilon}^*$ y T^* tienen el mismo significado que en la ecuación (1) y D_1, D_2, D_3, D_4 y D_5 son constantes experimentales.

En la simulación numérica, cada punto del elemento se caracteriza por un nivel de daño definido como

$$D = \sum \frac{\Delta \varepsilon}{\varepsilon_f} \quad (7)$$

donde $\Delta \varepsilon$ es el incremento de deformación plástica equivalente y se supone que la rotura del punto considerado tiene lugar cuando el parámetro de daño D es igual a la unidad.

Las simulaciones numéricas de problemas de impacto utilizando las ecuaciones constitutivas y el criterio de rotura de Johnson-Cook proporcionan en general resultados aproximados al comportamiento real de los materiales, si bien como ya se indicó anteriormente numerosos investigadores proponen para casos concretos ecuaciones alternativas o criterios de rotura diferentes que proporcionan resultados más ajustados a los resultados experimentales.

4. FRACTURA DINÁMICA

El problema de la simulación numérica de la acción de cargas impulsivas sobre elementos estructurales surge cuando se trata de modelizar problemas en los que la acción es extensa, como es por ejemplo el caso del efecto de explosiones.

En efecto, los problemas de impacto suelen ser muy localizados, afectando a una región muy pequeña en torno al punto de contacto. En estos casos la modelización de los materiales como medios continuos ausentes de defectos proporciona resultados razonablemente aceptables. Por el contrario la acción de una

explosión sobre un elemento estructural afecta en mayor o menor medida a todo el elemento, provocando roturas por propagación de grietas en puntos donde existían defectos previos aunque no fuesen los puntos más solicitados. De esta manera, la simulación numérica suponiendo medios homogéneos puede conducir a resultados totalmente erróneos.

Este efecto ha sido observado recientemente en el análisis del efecto de la explosión de minas bajo las ruedas de un vehículo [9, 10]. Aunque la simulación numérica sólo daba como resultado deformaciones plásticas del vehículo y rotura del neumático, las pruebas experimentales mostraban roturas en uniones soldadas y entrada de gases dentro del vehículo, con el consiguiente daño para los ocupantes.

La simulación numérica comenzó a proporcionar resultados aproximados a la realidad cuando se introdujeron defectos en las uniones soldadas. Estos defectos no suelen tener trascendencia, si el vehículo sufre un impacto, ya que la probabilidad de que el impacto suceda sobre la zona en la que se encuentra el defecto es muy baja, pero son críticos en el caso de que el vehículo sufra los efectos de una explosión. (ver figura 1).

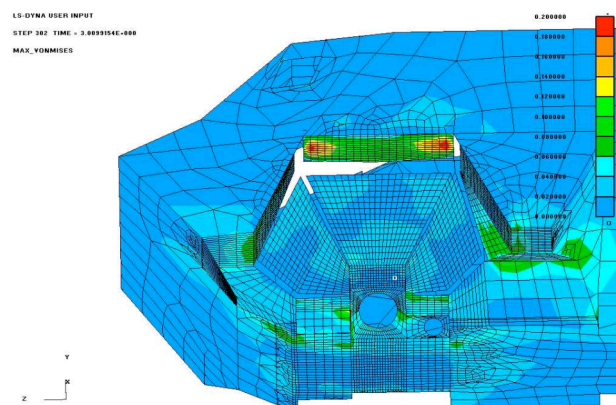


Figura 1. Simulación numérica con LS-DYNA de la explosión de una mina bajo la rueda delantera de un vehículo militar. Tiempo 3 ms. El material del cordón de soldadura se ha supuesto con una resistencia inferior a la del resto del vehículo.

Así pues, la simulación numérica de este tipo de acciones requiere determinar la posición, forma y tamaño de los defectos o fisuras existentes en el componente estudiado, así como determinar la tenacidad de fractura dinámica, K_{Ia}^c , del material. La implementación de estos datos en el hircódigo permite simular correctamente la eventualidad de la propagación de grietas y la rotura en su caso del elemento considerado.

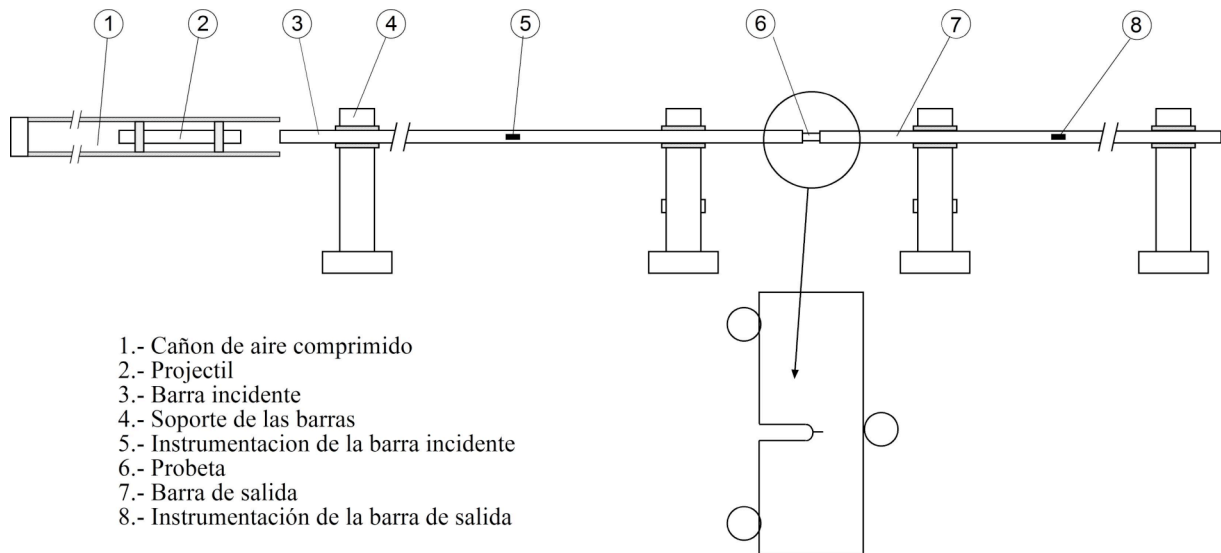


Figura 2. Esquema de la barra Hopkinson y de la probeta de flexión en tres puntos para el ensayo de tenacidad de fractura dinámica.

5. MEDIDA DE LA TENACIDAD DE FRACTURA DINÁMICA

El procedimiento de medida de la tenacidad de fractura dinámica fue propuesto por Bui, Maigre y Rittel [11, 12]. Es un método mixto experimental-numérico.

El análisis experimental se basa en la utilización de una barra Hopkinson en la que la tradicional probeta cilíndrica ha sido sustituida por una probeta de flexión en tres puntos prefisurada por fatiga (ver figura 2). Durante el ensayo, se obtiene el registro de las ondas incidente, reflejada y transmitida y asimismo mediante un procedimiento óptico de fotografía de alta velocidad o eléctrico (rotura de un hilo de contacto fijado a ambos lados de la punta de la fisura) se determina el instante de propagación de la fisura.

El análisis numérico permite definir el factor de intensidad de tensiones $K_{Ia}(t)$ en función de la historia de cargas aplicada a la probeta. Finalmente, la combinación de ambos análisis proporciona el valor de la tenacidad de fractura dinámica K_{Ia}^c como el valor de $K_{Ia}(t)$ para el tiempo t en que se inicia la propagación de la fisura.

El cálculo puede simplificarse notablemente considerando la linealidad del problema, lo que permite utilizar el método de convolución [13].

En este procedimiento se determina por métodos numéricos el $COD(t)$ (o bien, el desplazamiento de un punto de la fisura $\hat{v}(t)$ en dirección normal, igual a la mitad del $COD(t)$) para un impulso unitario. Este cálculo permite determinar $v(t)$ para cualquier historia de cargas $F(t)$ sobre la probeta aplicando sencillamente la expresión.

$$v(t) = F(t) * \hat{v}(t) \quad (8)$$

Sin necesidad de repetir el cálculo por elementos finitos para cada valor de $F(t)$. A partir de $v(t)$ se obtiene el factor de intensidad de tensiones en todo instante para deformación plana con la expresión

$$K_{Ia}(t) = \frac{v(t) E}{4(1-\nu^2)} \sqrt{\frac{2\pi}{r}} \quad (9)$$

donde E y ν son el módulo de elasticidad y coeficiente de Poisson del material y r es la distancia a la punta de la fisura del punto en el que se ha determinado $v(t)$.

6. CONCLUSIONES

La tenacidad de fractura dinámica es una propiedad de los materiales que no ha recibido gran atención de los investigadores en comparación con la tenacidad de fractura estática. De hecho, los tratados de Fractura Dinámica se centran casi exclusivamente en el análisis de la propagación de fisuras.

Sin embargo, la tenacidad de fractura dinámica es un parámetro de gran utilidad para determinar la seguridad de elementos estructurales sometidos a cargas impulsivas, especialmente en el caso de explosiones.

En esta comunicación se resume un procedimiento mixto numérico/experimental para determinar la tenacidad de fractura dinámica, utilizando una variante de la barra Hopkinson con probetas de flexión en tres puntos prefisuradas y el cálculo numérico con el método de los elementos finitos del factor de intensidad de tensiones dinámico. La única dificultad del método reside en obtener con precisión el instante en el que comienza la propagación de la fisura. Este tiempo puede obtenerse experimentalmente por fotografía ultrarrápida o mediante la fijación a la punta de la fisura de un hilo ultrafino que se rompe cuando la fisura inicia su propagación.

AGRADECIMIENTOS

El autor desea agradecer al Ministerio de Educación y Ciencia la financiación del proyecto a través del programa CONSOLIDER INGENIO 2010.

REFERENCIAS

- [1] Rittel, D., "Dynamic crack initiation toughness", *Dynamic Fracture Mechanics*, Shukla, A. (Ed.), *World Scientific Publishing Co.*, pag. 69-103, 2006.
- [2] Freund, L. B., "Dynamic Fracture Mechanics", *Cambridge University Press*, pag. 1-162, 1990.
- [3] Sánchez Gálvez, V., "Analytical and numerical simulations of ballistic impact on composite light weight armours" in *Computational Ballistics II*, Sánchez Gálvez et al (Eds.) Wit Press, Southampton, pag. 3-10, 2005.
- [4] Zukas, J. A. "Numerical simulation of high rate behavior" in *Shock and Impact on Structures*. Brebbia, C. and Sánchez Gálvez, V. (Eds.) *Computational Mechanics Publications*, Southampton, pag. 1-26, 1994.
- [5] Johnson, G. R., Cook, W. H. "Constitutive model and data for metals subjected to large strains, high strain rates and high temperatures". *Proceedings of the 7th International Symposium on Ballistics*, The Hague, pag. 541-547, 1983.
- [6] Zerilli, F. J., Armstrong, R. W. "Dislocation-mechanics- based constitutive relations for material dynamics calculations". *Journal of Applied Physics*, 61, pag. 1816-1825, 1987.
- [7] Hancock. S. W., Mackenzie, A. C., *Journal of Mechanics and Physics of solids*, 24, pag. 147-169, 1976.
- [8] Johnson, G. R., Cook, W. H., "Fracture characteristics of three metals subjected to various strains, strain rates, temperatures and pressures", *Engineering Fracture Mechanics*, 21, pag. 31-48, 1985.
- [9] Gálvez, F., Cendón, D., Sánchez Gálvez, V., "Fracture strength of welded aluminum joints in commercial road vehicles", *Engineering Failure Analysis*, 13, pag. 260-270, 2006.
- [10] Cendón, D., Gálvez, F.; Rosselló, C., "Tuning of the Computer Model", *WS 2.E Report. EUCLID RTP 3.27*, Marzo 2003.
- [11] Rittel, D., Maigre, H., Bui, H. D., "A new method for dynamic fracture toughness testing", *Scripta Metallurgica et Materialia*, 26, pag. 1593-1598, 1992.
- [12] Bui, H. D., Maigre, H., Rittel, D. "A new approach to the experimental determination of the dynamic stress intensity factor", *International Journal of Solids and Structures*, 29, pag. 2881-2895, 1992.
- [13] Weisbrod, G., Rittel, D., "A method for dynamic fracture toughness determination using short beams", *international Journal of Fracture*, 104, pag. 89-103, 2000.

EDITORIAL	◆
CONFERENCIAS INVITADAS	◆
FRACTURA DE MATERIALES BIOLÓGICOS Y BIOMATERIALES	◆
FRACTURA DE MATERIALES CERÁMICOS Y PÉTREOS	◆
FRACTURA DE MATERIALES METÁLICOS	◆
FRACTURA DE MATERIALES POLÍMEROS	◆
FATIGA E INTERACCIÓN CON EL MEDIO AMBIENTE	◆
MÉTODOS ANALÍTICOS Y NUMÉRICOS	◆
SEGURIDAD Y DURABILIDAD DE ESTRUCTURAS	◆
TÉCNICAS EXPERIMENTALES	◆
APLICACIONES Y CASOS PRÁCTICOS EN INGENIERÍA	◆
ÍNDICE TEMÁTICO	◆
ÍNDICE DE AUTORES	◆

ANÁLISIS MECÁNICO DE UN BYPASS CORONARIO TÉRMINO-TERMINAL

E. Claes¹, C. Garcia Herrera¹, G.V. Guinea¹, J.M. Bernal², J.M. Revuelta², 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.
E-mail: eclaes@mater.upm.es

² Servicio de Cirugía Cardiovascular, Hospital Marqués de Valdecilla, Avenida Valdecilla, 25, 39008 Santander, España.
E-mail: ccabmj@humv.es

RESUMEN

La técnica del bypass coronario consiste en evitar una arteria coronaria obstruida utilizando un injerto vascular. Su éxito depende del buen funcionamiento de la zona de unión, o anastomosis, entre la aorta y el injerto, y entre el injerto y la arteria coronaria. Las tensiones generadas en la discontinuidad pueden producir problemas de desgarro o roturas. El objetivo de este trabajo es analizar la unión mecánica que se produce al sustituir una arteria coronaria por otro vaso, estudiando las tensiones desarrolladas en la zona de anastomosis y su efecto sobre la integridad del conjunto. Se ha caracterizado el comportamiento mecánico de los vasos involucrados y se ha preparado un modelo numérico que reproduce el funcionamiento de un bypass término-terminal. Los resultados muestran que el diámetro, el espesor y la rigidez o flexibilidad del injerto en comparación con la arteria coronaria sustituida son parámetros de gran importancia.

ABSTRACT

Coronary artery bypass grafting is a surgical procedure performed to bypass an obstruction in the coronary artery and improve the blood supply to the heart muscle. The bypass' success depends on the good performance of the suture zone, called anastomosis, between the aorta and the graft, and between the graft and the coronary artery. The stresses generated in the discontinuity can produce problems of tear or fracture at the union. The aim of this work is to analyse the mechanical union replacing a coronary artery by another vessel, studying the stresses developed in the anastomosis and their effect on the integrity of the bypass. Therefore the mechanical behaviour of the involved vessels has been characterised and a numerical model has been prepared that reproduces the anastomosis end-to-end. The results show that the diameter, the thickness and the stiffness of the graft in comparison with the replaced coronary artery are parameters of paramount importance.

PALABRAS CLAVE: Bypass coronario término-terminal, modelización numérica, caracterización mecánica.

1 INTRODUCCIÓN

Las enfermedades cardiovasculares son la primera causa de muerte en el mundo. Se estima que en 2015 casi 20 millones de personas morirán por causas de enfermedades cardiovasculares [1]. Dentro de las enfermedades cardiovasculares las enfermedades coronarias son las más frecuentes, con un 43% del total de muertos por enfermedades cardiovasculares y un 13% del total de decesos en 2005 [1].

El problema más común en las arterias coronarias es la aterosclerosis. Es un proceso crónico y complejo en que sustancias lipídicas se depositan en las paredes arteriales en forma de placas de ateroma. En estado avanzado la aterosclerosis lleva a un estrechamiento del lumen arterial. Si esto sucede en las arterias coronarias se corre el riesgo de que no llegue suficiente sangre para irrigar el músculo del corazón.

Cuando la obstrucción es tan avanzada que no puede ser controlada por medicamentos, es necesario intervenir quirúrgicamente, mediante la colocación de un stent y en los casos más graves mediante la técnica de bypass que consiste en desviar el flujo de sangre alrededor de la obstrucción empleando partes de arterias o venas.

La principal preocupación hoy en día es extender la duración del funcionamiento del bypass. El tipo de vaso utilizado como injerto varía en función de la experiencia del cirujano y del centro médico. Los vasos más usados en esta operación son: arteria mamaria izquierda y derecha, la vena safena o la arteria radial.

El éxito del bypass depende, en primer lugar, del buen funcionamiento de la zona de unión, o anastomosis, entre la aorta y el injerto, y entre injerto y la arteria coronaria más allá de la obstrucción. Una unión

deficiente altera el flujo de la sangre y provoca cargas dinámicas que pueden producir elevadas tensiones tangenciales en la pared, causando hiperplasia (crecimiento excesivo del tejido) y reestenosis (reaparición de una reducción del diámetro interior), y conduciendo al fracaso del bypass. Además, una excesiva incompatibilidad geométrica en la zona de anastomosis, como por ejemplo una acusada diferencia de diámetro entre arteria coronaria y el injerto, puede someter a la pared vascular a tensiones cercanas a la rotura en las zonas de sutura.

Otro parámetro que influye en el resultado del bypass es la rigidez o flexibilidad del injerto en comparación con la arteria coronaria que es sustituida. La diferencia de rigidez entre injerto y arteria coronaria produce variaciones en el flujo sanguíneo que alteran la irrigación del músculo cardíaco. Además, cuando el injerto es venoso el vaso ha de adaptarse a un funcionamiento bajo presiones mucho más elevadas que a las que estaba habituado. Este proceso es denominado arterialización y provoca cambios importantes en la pared (aumento de grosor y diámetro, entre otros) y en las características mecánicas.

La técnica de anastomosis coronario término-terminal se aplica sobre todo en los casos de aneurismas, dilataciones locales consecuencia de un proceso degenerativo de la pared arterial. En la mayoría de los casos los defectos son causados por aterosclerosis o relacionados con la enfermedad congénita de Kawasaki [2].

El objetivo de este artículo es de estudiar el funcionamiento del bypass término-terminal. Para alcanzar este objetivo es necesario caracterizar mecánicamente el comportamiento de las arterias coronarias y de otros tipos de vasos utilizados en el bypass coronario y partiendo de los datos obtenidos de los vasos estudiados modelizar numéricamente el bypass término-terminal.

2 MATERIALES Y MÉTODOS

Los vasos estudiados se obtuvieron con la colaboración del Hospital de Marqués de Valdecilla de Santander, de acuerdo con protocolos establecidos y aprobados por el Comité de Ética de dicho Hospital. Los vasos estudiados son segmentos de arterias coronarias, radiales y mamarias y venas safenas.

Para la caracterización mecánica de la pared arterial se utilizó el ensayo de tracción uniaxial. Con este ensayo es posible obtener los parámetros de comportamiento mecánico y rotura de la pared del vaso. Además, se realizaron ensayos de presurización en los diferentes vasos, observándose la respuesta del vaso a diferentes niveles de presión. Finalmente se realizó ensayos de ángulo de apertura para la cuantificación de las tensiones iniciales presentes en este tipo de estructuras.

Los ensayos que se realizaron son ensayos estáticos in vitro dentro de suero fisiológico a 37° C.

2.1 Caracterización mecánica

El material estudiado fue extraído de cadáveres para donación de órganos, y en consecuencia sin patología vascular, aunque algunos de los pacientes eran de edad avanzada. Se extrajeron vasos completos de la mayor longitud posible para la realización de los ensayos presión-diámetro. Además, antes de proceder a su extracción se midió en todos los casos su longitud *in vivo*, que se indicó en el vaso mediante dos marcas separadas 50mm.

Como procedimiento general, los vasos fueron preservados en suero fisiológico a 4° C y ensayados en los 3 días posteriores a su extracción. Cuando ello no fue posible los vasos se congelaron a -18° C y su ensayo se realizó después de su descongelación a temperatura ambiente en las cuatro semanas posteriores a su extracción.

Se han seleccionado como material de estudio las arterias coronarias y los vasos más importantes utilizados para bypass: las arterias radial y mamaria y la vena safena. Se ha dispuesto de 8 arterias coronarias entre 23 y 83 años, de 11 arterias radiales entre 23 y 83 años, de 2 arterias mamarias de 64 años y de 8 venas safenas entre 67 y 88 años.

En el ensayo de presión-diámetro se trata básicamente de medir el diámetro cambiando la presión interior. Es un ensayo muy habitual, porque simula in vitro el funcionamiento del vaso. Los resultados obtenidos con este ensayo se utilizaron para comparar el comportamiento de diferentes vasos.

El ensayo de tracción uniaxial es el ensayo más habitual para caracterización de materiales. Es un ensayo local que permite medir las propiedades según diferentes direcciones y hasta llegar a rotura. La relación tensión-deformación se obtiene directamente de los resultados del ensayo. La relación sigma-lambda se ha utilizado para comprobar la anisotropía, comparar los diferentes tipos de vasos, estudiar el efecto de la edad y para determinar los coeficientes del modelo del material que se usan en la simulación numérica.

El ensayo de deformaciones residuales consiste en cortar un anillo y medir su ángulo de apertura. Se considera el anillo abierto como el estado libre de tensiones, lo que es importante para conocer las tensiones en la pared.

Para más detalles sobre los procedimientos de los ensayos se refiere a [3].

2.2 Método numérico

Para el estudio numérico de la anastomosis término-terminal se ha analizado el caso de una persona donde se reemplaza un segmento de arteria coronaria por un

segmento de su propia arteria radial. Se dispone de datos de una arteria coronaria y radial de una persona joven y de una persona mayor. Para estudiar el tipo de injerto se dispone de datos de una arteria mamaria y una vena safena de personas mayores diferentes.

Se ha realizado el cálculo con los valores geométricos y materiales del vaso del donante, sin emplear valores promedios.

Los modelos aquí empleados son elásticos no lineales (hiperelásticos) y se enmarcan en el contexto de la mecánica de medios continuos [4]. Están basados en definir una función de energía de deformación (W) que se considera independiente de la temperatura. El comportamiento de los tejidos blandos se considera incompresible debido a la elevada proporción de agua que éstos tienen. El modelo constitutivo utilizado en este trabajo es un modelo de tipo isótropo y corresponde al modelo de Yeoh y cuya función de energía de deformación viene dada por la siguiente expresión:

$$W = C_1(I_1 - 3) + C_2(I_1 - 3)^2 + C_3(I_1 - 3)^3 \quad (1)$$

W es únicamente función de I_1 , primer invariante del tensor de Cauchy-Green por la derecha C . Los coeficientes C_i son los parámetros a determinar. Para un ensayo de tracción uniaxial en particular, la expresión (1) se puede transformar en una relación tensión-deformación como en la expresión (2), considerando la pared vascular incompresible e isótropa. Ajustando esta expresión a los resultados obtenidos de los ensayos de tracción uniaxial con el método de mínimos cuadrados se obtiene los coeficientes C_i .

$$\sigma = \lambda \frac{dW}{d\lambda} = 2 \left(\lambda^2 - \frac{2}{\lambda} \right) \left[C_1 + 2C_2 \left(\lambda + \frac{2}{\lambda} - 3 \right) + 3C_3 \left(\lambda + \frac{2}{\lambda} - 3 \right)^2 \right] \quad (2)$$

La simulación del bypass término-terminal se realiza a través de dos modelos. Un primer modelo calcula las tensiones residuales de la arteria coronaria y del injerto, para aplicarlos al segundo modelo el cual representa el conjunto de la arteria coronaria y el injerto.

El primer modelo comienza con la configuración libre de tensiones, con el ángulo de apertura igual al medido en el ensayo correspondiente. De la configuración cerrada se obtienen las tensiones residuales que existen en un anillo cerrado, necesarias para conocer el estado tensional de la arteria coronaria y del injerto en el bypass término-terminal. Se sacan las coordenadas de los nodos y las tensiones correspondientes, almacenándose estas en un fichero para su posterior lectura e incorporación en el segundo modelo.

Con el segundo modelo se calcula el conjunto del bypass término-terminal. Es un modelo axisimétrico en el que es suficiente estudiar un plano diametral de la arteria coronaria y el injerto. La geometría viene dada por las dimensiones medidas en el laboratorio de los vasos estudiados.

Para llegar al estado de deformación final, se aplican las cargas en diferentes pasos: el primer paso consiste en lograr el equilibrio con las tensiones residuales obtenidas del modelo anterior y leídas desde un fichero, luego un segundo paso que consiste en simular la sutura juntando ambos vasos por deformación mecánica, un tercer paso en el que se aplica un alargamiento longitudinal correspondiente al alargamiento in vivo de la arteria coronaria y un último paso en el que se aplica una presión interior de 100 mmHg.

Se calcularon cuatro diferentes casos de bypass. El primer caso consiste en el bypass de una arteria coronaria con una arteria radial, ambos vasos procedentes del mismo paciente de 83 años. El segundo corresponde a una arteria coronaria y arteria radial de un mismo paciente joven de 23 años. El tercer caso es una arteria coronaria de 83 años con un injerto de una safena procedente de un paciente de 67 años. El último caso consiste en el bypass de una arteria coronaria de un paciente de 83 años con una arteria mamaria de otro paciente de 64 años.

3 RESULTADOS

3.1 Características mecánicas

El análisis de los resultados de los ensayos realizados sobre los diferentes tipos de vasos sanguíneos utilizados en cirugía coronaria se ha realizado utilizando un conjunto de parámetros que permite reducir y seleccionar la información más relevante.

Los parámetros de la caracterización del comportamiento mecánico más interesantes para el estudio de la anastomosis término-terminal son el diámetro y la pendiente de la curva presión-diámetro en la zona de presiones fisiológicas, obtenidos con los ensayos de presión-diámetro. A partir de la curva tensión-alargamiento obtenida con el ensayo de tracción uniaxial, se ha determinado la tensión de rotura en la dirección circunferencial y longitudinal. Estos parámetros permiten estudiar el efecto de la edad en las propiedades mecánicas y comparar los diferentes vasos entre sí.

En la figura 1 se muestra el diámetro D_{100} de los diferentes tipos de vasos, medido a $p=100\text{mmHg}$, la presión fisiológica de la arteria coronaria, y con el alargamiento longitudinal in vivo. La figura 2 muestra los valores del modulo presión-diámetro $E_{pD} = \Delta D / \Delta p$ en la zona de trabajo como injerto (80-120 mmHg) en función de la edad.

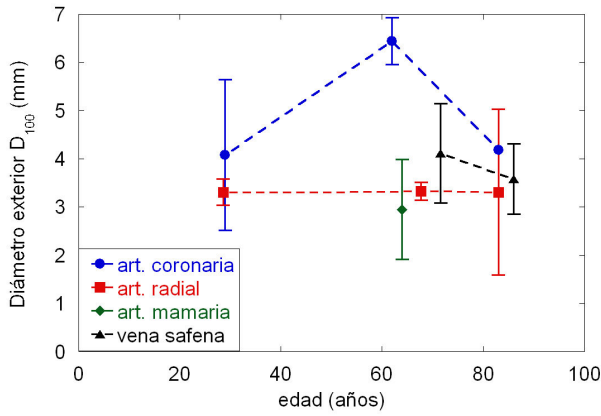


Figura 1. Diámetro exterior D_{100} , medido a $p=100\text{mmHg}$, con el alargamiento longitudinal in vivo de diferentes tipos de vasos

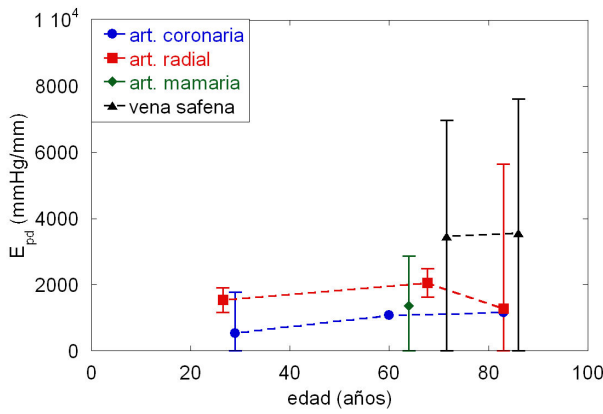


Figura 2. Rigidez $E_{pd} = \Delta D / \Delta p$ en la zona de trabajo como injerto (80-120 mmHg) de diferentes vasos.

Para evaluar la integridad de la unión es necesario conocer el estado tensional de la arteria coronaria y el injerto en el bypass término-terminal que se obtiene mediante el modelo numérico y compararlo con la tensión de rotura en la dirección circunferencial y longitudinal para cada vaso que se muestran en las figuras 3 y 4 respectivamente.

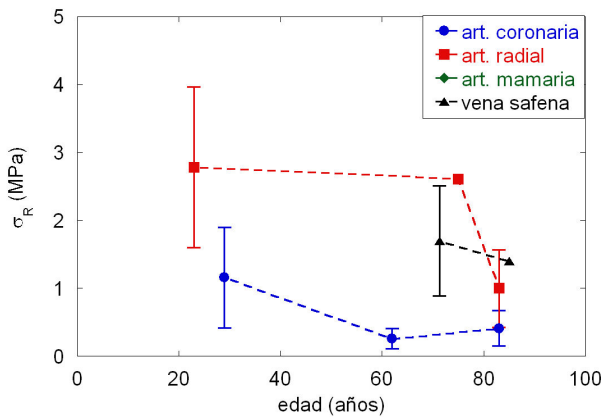


Figura 3. Tensión de rotura de la dirección circunferencial de diferentes vasos.

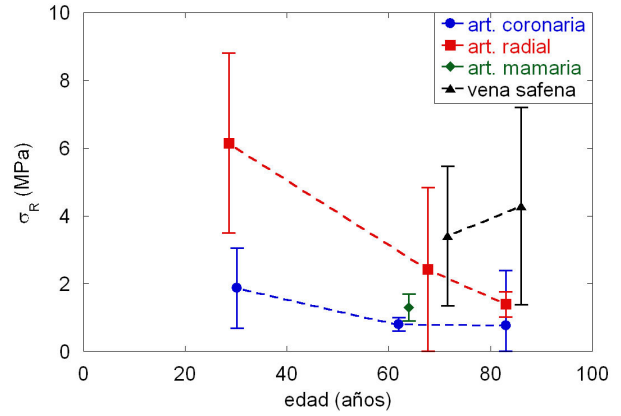


Figura 4. Tensión de rotura de la dirección longitudinal de diferentes vasos.

Los datos necesarios para el cálculo numérico son los datos de geometría de la configuración de referencia (libre de tensiones) (Figura 5) y los valores de los coeficientes del material empleado que se resumen en la tabla 1.

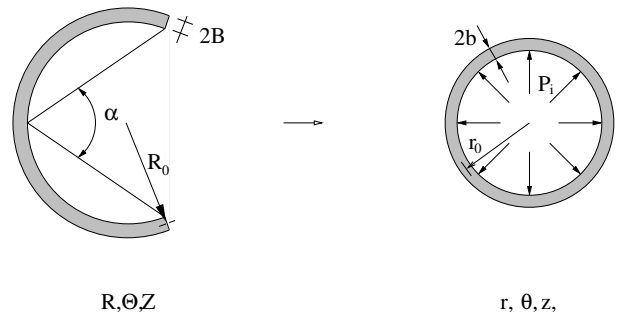


Figura 5. Variables del problema en la configuración de referencia (sin tensiones) (izquierda) y deformada (derecha)

Tabla 1. Características mecánicas de los vasos utilizados en los modelos numéricos

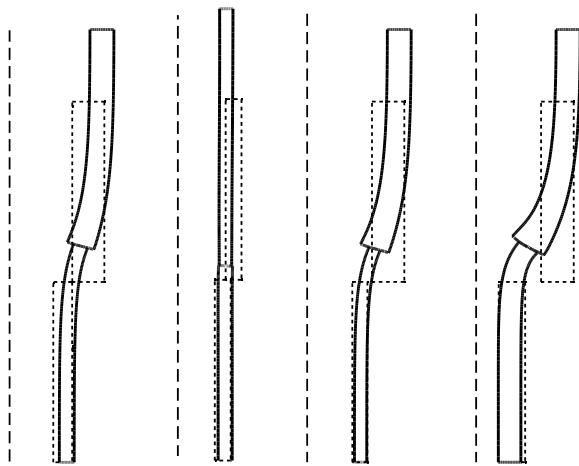
	α (°)	$2B$ (mm)	R_0 (mm)	r_0 (mm)
Art. Coronaria joven	312	0.45	2.30	1.55
Art. Coronaria vieja	42	0.90	2.80	2.15
Art. Radial joven	89	0.45	2.56	1.30
Art. Radial vieja	75	0.53	2.42	1.41
Art. Mamaria	75	0.75	2.01	1.18
Vena Safena	66	0.42	2.49	1.58

	λ_{in} vivo	C_1 (MPa)	C_2 (MPa)	C_3 (MPa)
Art. Coronaria joven	1.25	0.0031	0.0047	0.0037
Art. Coronaria vieja	1.22	0.0042	0.0267	0.0614
Art. Radial joven	1.56	0.0075	0.4300	0.2984
Art. Radial vieja	1.06	0.0043	0.0475	0.1986
Art. Mamaria	1.25	0.0062	0.0556	0.1695
Vena Safena	1.39	0.0047	0.1585	0.2300

3.2 Resultados numéricos

De los cálculos del primer modelo (cierre del segmento abierto) se obtienen las tensiones residuales (circunferenciales y radiales) en la pared vascular. Las tensiones residuales circunferenciales dependen además del ángulo de apertura α , del espesor y el diámetro y de las características mecánicas del material. Los valores son del orden de 1-20kPa, cercanos a los reportados por otros autores [5].

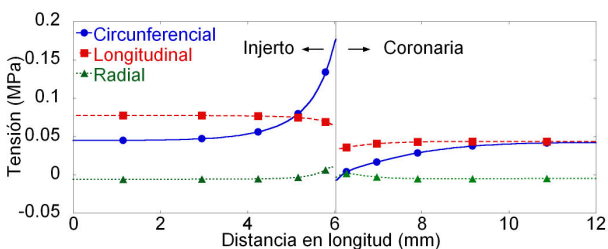
En la figura 6 se presentan las deformadas obtenidas con el modelo axisimétrico, después de aplicar las tensiones residuales, la unión por la sutura, el alargamiento longitudinal y la presión interior de 100mmHg (la arteria coronaria se encuentra en la parte superior de la figura).



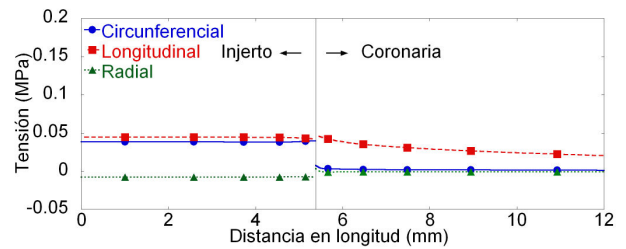
Caso 1 Caso 2 Caso 3 Caso 4

Figura 6. Configuración inicial (puntos) y deformada (continuo) - Caso 1: Art. Coronaria vieja – Art. Radial vieja, Caso 2: Art. Coronaria joven – Art. Radial joven, Caso 3: Art. Coronaria vieja – Vena Safena, Caso 4: Art. Coronaria vieja – Art. Mamaria.

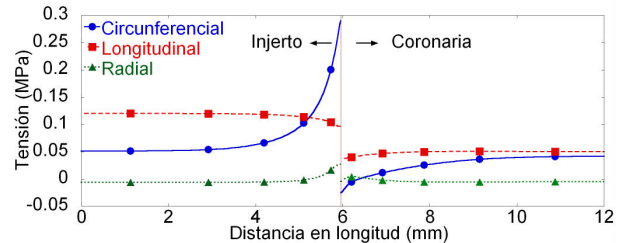
Los perfiles de tensiones a lo largo del vaso en la mitad del espesor se muestran en la figura 7.



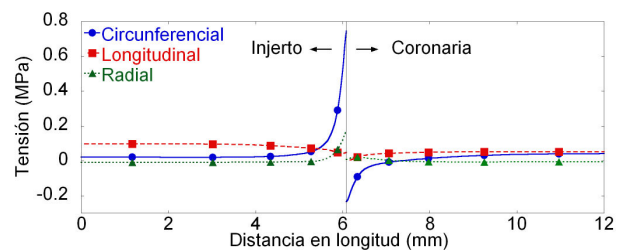
Caso 1: Art. Coronaria vieja – Art. Radial vieja



Caso 2: Art. Coronaria joven – Art. Radial joven



Caso 3: Art. Coronaria vieja – Vena Safena



Caso 4: Art. Coronaria vieja – Art. Mamaria

Figura 7. Perfiles longitudinales de tensiones

4 DISCUSIÓN

Desde hace tiempo se conoce que evitar el desarrollo de tensiones excesivas en la zona de anastomosis y reducir el tamaño de la cicatriz son dos requisitos básicos para reducir el riesgo de fracaso de un injerto vascular. Los cirujanos, además de emplear una sutura adecuada, buscan que en el caso de la anastomosis término-terminal los conductos tengan un calibre similar, evitando una excesiva diferencia de diámetro entre la arteria coronaria y el injerto.

Los diámetros de las arterias radiales y mamarias, aunque más pequeños que los de la arteria coronaria para todas las edades, guardan la suficiente proximidad para poder realizar la intervención. También son válidos los diámetros de la vena safena. (Figura 1)

En la figura 2 se observa que prácticamente todos los vasos ensayados tienen una rigidez superior a la coronaria, si bien la arteria mamaria y los vasos de arteria radial de más edad son los que presentan mayor similitud. Las venas safenas muestran en general valores más rígidos.

En las figuras 3 y 4 se observa que los valores de la tensión de rotura de la arteria coronaria se encuentran entre los más bajos en ambas direcciones. Los injertos

proporcionan paredes vasculares más resistentes, especialmente en dirección longitudinal. Las arterias coronarias muestran menor influencia de la orientación en la tensión de rotura.

De los resultados numéricos se deduce que el conjunto de arteria coronaria – injerto funciona bien mecánicamente. En la figura 7 se observa que las tensiones son más bajas en la arteria coronaria que en el injerto. Esto es debido a que el injerto tiene un diámetro menor que la arteria coronaria lo que obliga a aumentar el diámetro del injerto para poder unirlos. Las tensiones están alejadas del nivel de rotura, son de un orden de magnitud menor que las tensiones de rotura (Figura 3 y 4), aunque localmente, cerca de la junta, existen tensiones muy altas que se acercan a la rotura.

Si se compara las figuras de deformadas del caso 1 (persona de mayor) y del caso 2 (persona joven), se observa que en el caso joven se obtiene un mejor resultado donde la junta entre arteria coronaria y el injerto es difícil de distinguir. Además de las deformaciones, también las tensiones son más uniformes en el caso joven. Esto se debe a la combinación de un diámetro y espesor parecido entre arteria coronaria e injerto y la mayor flexibilidad de los vasos jóvenes. De esta manera la sutura no afecta mucho al estado tensional en la junta.

Entre los casos de la anastomosis término-terminal de la arteria coronaria de más edad con injerto de diferentes tipos – casos 1, 3 y 4 – no se observan grandes diferencias en las deformadas. Donde si se encuentra diferencias es en las tensiones circunferenciales cerca de la junta son más altas en la arteria mamaria como se observa en la figura 7. Un salto grande de tensiones en la junta conlleva un mayor riesgo de desgarro de los dos vasos.

5 CONCLUSIONES

En este artículo se ha caracterizado mecánicamente el comportamiento de las arterias coronarias y de otros tipos de vasos utilizados en el bypass coronario. Partiendo de los datos obtenidos de los vasos ensayados se ha modelizado numéricamente el funcionamiento del bypass término-terminal.

De la caracterización mecánica se destacan las arterias radiales y mamarias por sus diámetros suficientemente aproximados a los de la arteria coronaria y su rigidez parecida para todas las edades. Las venas safenas

muestran también diámetros parecidos, pero tienen rigideces mas altas y dispersas. Además se ha constatado que todos los injertos tienen tensiones de rotura mayores que la arteria coronaria.

La modelización numérica de la anastomosis término terminal con datos de vasos reales muestra que la junta de una arteria coronaria joven con una arteria radial joven con diámetros y espesores parecidos da una deformada uniforme sin grandes picos de tensión cerca de la unión. En los casos de la arteria coronaria de más edad con injertos de avanzada edad se observa una discontinuidad de tensiones en la unión que tiene que ser soportado por la sutura o por el pegamento biológico. En general están alejadas del nivel de rotura, pero localmente se acercan a la resistencia máxima.

AGRADECIMIENTOS

Los autores desean agradecer al Ministerio de Educación y Ciencia a través del proyecto MAT2005-6320, a la Comunidad de Madrid a través de los programas ESTRUMAT-CM (MAT/77) y MADR.IB-CM/S-SAL/0312/2006 y a la Fundación Agustín de Betancourt y a Conicyt (Chile) a través de becas de investigación.

REFERENCIAS

- [1] *Cardiovascular disease*. World Health Organization Media Center. Fact Sheet nº 317, 2007.
- [2] E. Monguió, E. Castedo, R.A. Cabo, C. Maicas, S. Serrano Fiz, R. Burgos, C. García Montero, G. Téliez, J. Ugarte, *Aneurisma coronaria gigante y enfermedad de dos vasos en un adulto joven*, Anales de Cirugía Cardíaca y Vascular, 11(2), pp. 111-114, 2005.
- [3] J.M. Atienza, G.V. Guinea, F.J. Rojo, et al., *Comportamiento termomecánico de los vasos sanguíneos humanos*. Anales de Mecánica de la Fractura, 23(2), pp. 575-580, 2006.
- [4] G. Holzapfel, *Nonlinear Solid Mechanics. A continuum Approach for Engineering*. Wiley 2000.
- [5] J.D. Humphrey. *Mechanics of the arterial wall: review and directions*. Crit Rev Biomed Eng 23(1-2): 1-162, 1995.

EFFECTO DE LA TEMPERATURA EN LA ROTURA POR DESPEGUE DE UNA PLACA DE ATEROMA

F.J. Rojo, J.M. Atienza, G.V. Guinea, M. Elices

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.

E-mail: fjrojo@mater.upm.es

RESUMEN

Las placas de ateroma de las paredes arteriales son acumulaciones de lípidos y otras sustancias que modifican las propiedades de la pared vascular. El principal problema que presentan estas placas es su rotura y despegue de la pared, con la posibilidad de obstruir la circulación de la sangre. En este trabajo se analiza, mediante un modelo animal en conejos, el efecto que una variación de temperatura (por ejemplo en un proceso febril) puede tener en la aparición de tensiones tangenciales entre la placa y la pared. Para ello se han obtenido las propiedades termomecánicas de la pared arterial y de la placa de ateroma. Asimismo, se ha elaborado un modelo para estimar las tensiones generadas por un incremento de temperatura. Como ejemplo se muestra que un aumento de la temperatura de 4°C, que correspondería a una fiebre de algo más de 40°C, puede generar elevadas tensiones capaces de provocar el despegue de la placa.

ABSTRACT

Atheroma plaques are accumulations of lipids and other substances attached to the inner side of the artery walls, which modify the mechanical behaviour of the artery wall. Their main problem comes when the plaque breaks and incorporates to the blood flow, because it can eventually block blood circulation and damage to the surrounding tissues and organs. This work explores, by means of a rabbit model, the effect of temperature variation on the development of interfacial shear stresses between plaque and wall. The thermomechanical properties of arterial wall and atheroma plaques have been obtained. A simplified model has also been developed in order to estimate the stress level, which has shown that due to a moderate temperature increment of 4°C interfacial shear stresses can reach high values, enough to provoke plaque rupture and detachment.

PALABRAS CLAVE: Coeficiente de dilatación, Tensión tangencial, Placa de ateroma.

1. INTRODUCCIÓN

Las placas de ateroma son acumulaciones de lípidos y otras sustancias en la cara interior de la pared de las arterias. Además de modificar las propiedades de la pared vascular, las placas se pueden romper y despegar de la pared. El síndrome coronario agudo, que incluye la angina inestable y el infarto de miocardio, es el resultado de la obstrucción de las arterias coronarias producida por la rotura de una placa de ateroma [1, 2].

Los factores que dan lugar a la rotura de la placa de ateroma no son bien conocidos, aunque se acepta, por ejemplo, que una alta presión sanguínea o la vasoconstricción favorecen su rotura. En los últimos años, varios estudios sugieren que infecciones tanto de carácter vírico como bacteriano (infecciones respiratorias, gripe) se pueden relacionar con episodios de síndromes coronarios [3, 4]. Los motivos por los que las bacterias y los virus pueden favorecer la rotura de las placas de ateroma son desconocidos hasta el momento. La fiebre es el síntoma común en la mayoría de estas infecciones y, de forma estadísticamente significativa, pacientes con infarto agudo de miocardio han padecido episodios febriles previos al infarto [3].

Los autores han demostrado en trabajos anteriores [5] la íntima relación entre las propiedades mecánicas de la pared arterial y su temperatura. La presencia de una placa, cuyas propiedades termomecánicas son diferentes a las de la pared, puede dar lugar a altas tensiones en las zonas de contacto entre ambos materiales cuando se produce un aumento de la temperatura puesto que tendrán coeficientes de dilatación diferentes.

El trabajo presentado en este artículo ha consistido en la medida de los coeficientes de dilatación de la pared arterial y de las placas de ateroma en función de los niveles de sollicitación, y en la elaboración de un modelo que permite estimar las tensiones de interfase producidas por un incremento de la temperatura corporal.

Inicialmente se presenta el trabajo experimental llevado a cabo, tanto sobre segmentos de arteria completos como sobre probetas extraídas de la pared. Posteriormente se muestran los resultados obtenidos, consistentes en las propiedades termomecánicas de la pared y de la placa de ateroma. A continuación se presenta el modelo empleado para estimar las tensiones de interfase para finalizar con las conclusiones más importantes del trabajo.

2. TRABAJO EXPERIMENTAL

Material

Para estudiar el comportamiento de la pared arterial y de la placa de ateroma en función del grado de aterosclerosis desarrollado se ha empleado un modelo animal. La selección y cuidado de los animales, así como la extracción de su arteria aorta torácica fue realizada en el Laboratorio de Investigación Cardiovascular del Hospital Clínico San Carlos de Madrid, en conformidad con la Directiva Europea 86/609/EEC para la Protección de Animales utilizados en experimentos y otros procedimientos científicos. Se han empleado 19 conejos que fueron divididos en tres grupos:

- Grupo A: seis conejos recibieron alimentación estándar, baja en colesterol, durante 90 días.
- Grupo B: ocho conejos fueron alimentados con pienso enriquecido con un 2% de colesterol, 100g/animal/día, durante un periodo medio de 50 días.
- Grupo C: Cinco conejos recibieron la misma dieta rica en colesterol durante 90 días.

La aorta torácica fue extraída con el animal sedado mediante pentobarbital sódico y tras haber medido la longitud in-vivo del vaso.

Ensayos de presurización

Se han realizado ensayos de presurización de segmentos arteriales de los grupos A y B. Estos ensayos, ya explicados con detalle en anteriores trabajos [5, 6], miden la variación del diámetro de los vasos al aumentar la presión interior. Los vasos extraídos de los individuos del grupo C se encontraban muy deteriorados y perdían la forma cilíndrica al aumentar la presión, motivo por el cual no se pudo realizar estos ensayos sobre ellos.

Para estudiar el efecto de la temperatura en el comportamiento de las arterias, con cada probeta se realizaron ensayos a cuatro temperaturas diferentes: 17, 27, 37 y 42°C, que engloban todas las posibles situaciones de interés: desde intervenciones en hipotermia hasta procesos febriles [7, 8]. Todos los ensayos se realizaron con el segmento arterial estirado longitudinalmente hasta un alargamiento coincidente con el fisiológico, que como se indicó anteriormente, fue medido antes de la escisión del vaso.

Ensayos de tracción simple sobre placa de ateroma

Para realizar la caracterización termomecánica de la placa de ateroma se han realizado ensayos de tracción simple en probetas rectangulares de 2mm de ancho y 10mm de longitud. Las placas se separaron de la pared arterial mediante escarpelo sin filo y cortadas posteriormente a su forma rectangular. La fijación de las probetas a las mordazas metálicas de la máquina se realiza mediante la combinación de métodos químicos (cianoacrilato) y mecánicos (tornillos).

Para estudiar la influencia de la temperatura en las propiedades de la placa, cada una de las probetas ensayadas se sometió a ciclos de carga-descarga sumergida en suero fisiológico a 17, 27 37 y 42°C. Los ciclos se realizaron entre 0 y 0.1N hasta obtener una respuesta repetitiva (entre 3 y 5 ciclos). La curva correspondiente al último ciclo de cada temperatura se empleó para los cálculos.

Obtención del coeficiente de dilatación

A partir de las curvas de presión-diámetro y de los ensayos de tracción simple para cada probeta a las cuatro temperaturas de ensayo, se puede obtener el coeficiente de dilatación térmica (α) que relaciona la variación dimensional con la variación de temperatura:

$$dH/H = \alpha dT \quad (1)$$

donde H es la dimensión medida y T la temperatura. Integrando esta expresión se obtiene:

$$H = H^* e^{\alpha T} \quad (2)$$

donde H* es una constante de integración. Ajustando esta expresión mediante el método de mínimos cuadrados a los pares de puntos (T,H) para cada valor de la sollicitación impuesta (presión interior en los ensayos de presurización y tensión en los ensayos de tracción) obtenemos el valor del coeficiente de dilatación (α) en función de la sollicitación.

3. RESULTADOS

Las curvas obtenidas en los ensayos de presurización para cada una de las temperaturas ensayadas y en función del grado de desarrollo de la aterosclerosis pueden ser consultadas en una publicación reciente de los autores [9].

El valor medio y error estándar del coeficiente de dilatación de las arterias de los grupos A y B, obtenidas mediante la ecuación (2), se muestran en la figura 1. Se observa una fuerte dependencia del coeficiente de dilatación con la presión aplicada, especialmente para presiones bajas.

También se puede destacar la gran dependencia del coeficiente de dilatación con el grado de aterosclerosis del vaso. Los vasos sanos muestran un comportamiento común en este tipo de materiales, ya observado por los autores en ensayos realizados sobre arterias carótidas humanas [6]. Inicialmente, cuando la presión interior es baja el coeficiente de dilatación es negativo, creciendo monótonamente y siendo nulo para una presión de 20mmHg. A partir de 100mmHg presenta una meseta de valor $\alpha=0.001^\circ\text{C}^{-1}$.

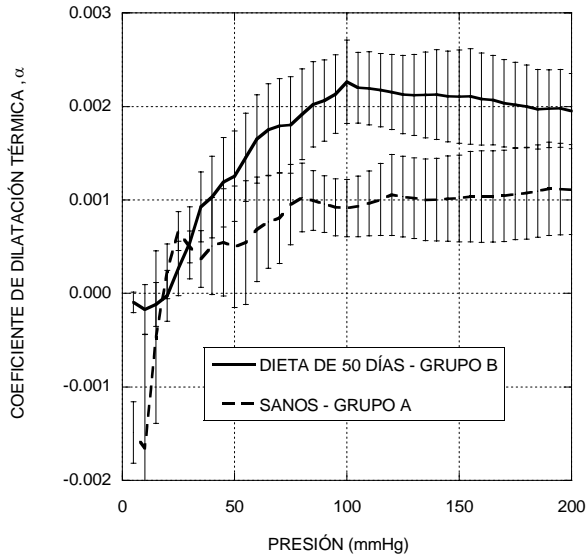


Figura 1. Media y error estándar del coeficiente de dilatación en función de la presión, obtenido de ensayos de presurización. Grupo A: Sanos. Grupo B: 50 días de dieta rica en colesterol.

Los vasos del grupo B (grado medio de aterosclerosis) presentan valores mayores de α en todo el rango de presiones estudiado, alcanzando la meseta también con una presión de 100mmHg con un valor de $\alpha=0.002^{\circ}\text{C}^{-1}$.

Ensayos de tracción simple sobre placa de ateroma

Se calculó el coeficiente de dilatación de las placas de ateroma en función de la tensión aplicada midiendo la variación de la longitud de la probeta con la temperatura. Para ello se ajustó la ecuación (2) por mínimos cuadrados, siendo H la longitud medida.

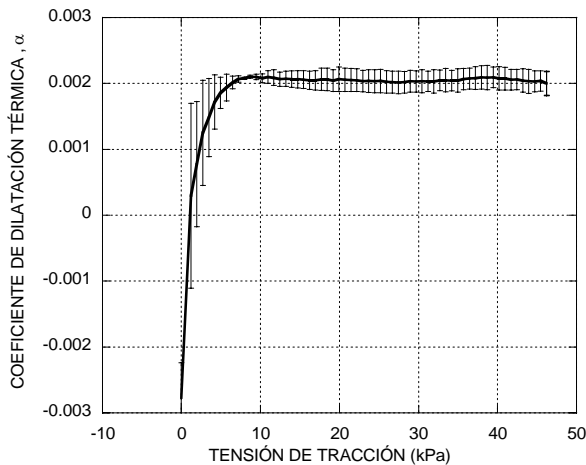


Figura 2. Valor medio y error estándar del coeficiente de dilatación de las placas de ateroma en función de la tensión a la que están sometidas.

Los valores medios del coeficiente de dilatación de la placa de ateroma se muestran en la figura 2. Cuando el material está descargado el coeficiente de dilatación es

negativo. Con tensiones muy pequeñas presenta valores positivos crecientes hasta alcanzar un valor constante de $0.002^{\circ}\text{C}^{-1}$.

4. MODELO MATEMÁTICO

Los resultados experimentales han mostrado diferencias importantes en el coeficiente de dilatación entre la placa de ateroma y la pared arterial. Grandes diferencias en el coeficiente de dilatación de dos materiales en contacto pueden dar lugar a elevadas tensiones en la interfase al producirse una variación en la temperatura del conjunto. Para obtener una estimación del valor de estas tensiones se ha elaborado el modelo matemático que expone en este apartado.

Cuando dos capas de materiales con diferentes coeficientes de dilatación térmica se encuentran unidas, una variación de la temperatura genera tensiones tangenciales en la intercara que son más importantes cerca de los bordes, típicamente a una distancia del mismo orden que el espesor de las capas [10]. Para determinar la distribución de esas tensiones se necesitan hipótesis simplificadoras.

Basándonos en el trabajo de Kelly y Tyson [11] sobre materiales reforzados con fibras, supondremos en primera aproximación que las tensiones tangenciales son constantes. La figura 3 muestra la geometría del modelo: el ateroma viene representado por una placa rectangular de longitud L y espesor B, unida a un sustrato que se supone infinitamente grande (pared arterial).

Llamando α_p y α_s a los coeficientes de dilatación de placa y sustrato respectivamente, las deformaciones térmicas como consecuencia de un incremento de temperatura ΔT del conjunto serán $(\alpha_p \cdot \Delta T)$ para la placa y $(\alpha_s \cdot \Delta T)$ para el sustrato. Como hemos visto en los ensayos realizados el coeficiente de dilatación de la placa es mayor que para la pared arterial y por lo tanto de aquí en adelante se supondrá $\alpha_p > \alpha_s$.

Debido a que hemos supuesto que las tensiones tangenciales de intercara son constantes y se desarrollan desde los extremos hasta una longitud L^* (ver figura 3), las tensiones normales en la placa a que dan lugar esas tensiones tangenciales serán:

$$\sigma_m = \frac{1}{B} \int_0^{L/2} \tau \cdot dx = \frac{\tau_0 L^*}{B} \quad (3)$$

La deformación total en el centro de la placa de ateroma será la suma de la dilatación térmica $(\alpha_p \cdot \Delta T)$ más el acortamiento debido a las tensiones de compresión calculadas en (3):

$$\alpha_p \cdot \Delta T - \frac{\sigma_m}{E_p} \quad (4)$$

donde E_p es el módulo de elasticidad de la placa.

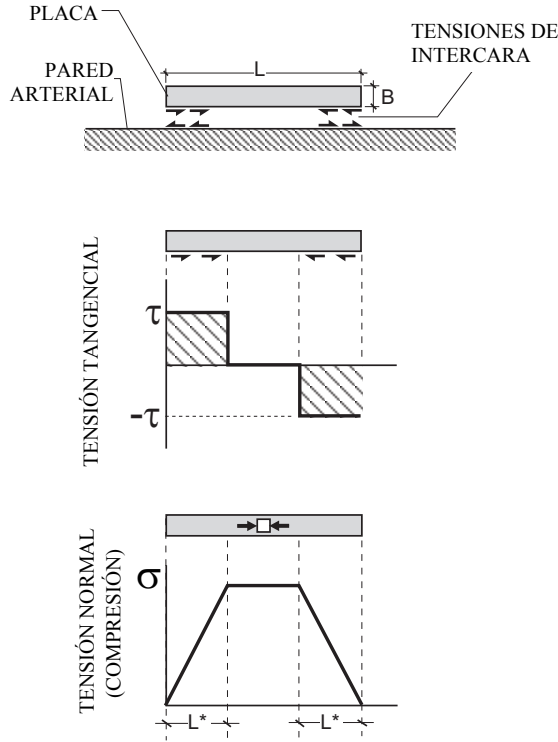


Figura 3. Modelo empleado para la estimación de las tensiones de intercara entre placa de ateroma y pared arterial.

Suponiendo que la unión pared-sustrato es perfecta y que la rigidez de la placa ($B \cdot E_p$) es al menos un orden de magnitud inferior a la del sustrato, como sugieren Hayashi y colaboradores [12], asumiremos que la deformación de la placa es, en primer orden de aproximación, igual a la deformación térmica de la pared arterial ($\alpha_s \cdot \Delta T$). Empleando (3) llegamos a:

$$\alpha_s \cdot \Delta T = \alpha_p \cdot \Delta T - \frac{\sigma_m}{E_p} = \alpha_p \cdot \Delta T - \frac{\tau_0 L^*}{B E_p} \quad (5)$$

De donde podemos obtener las tensiones tangenciales como:

$$\tau_0 = \frac{B}{L^*} (\alpha_p - \alpha_s) \cdot \Delta T \cdot E_p \quad (6)$$

Por razones geométricas la longitud en la que se desarrollan las tensiones de intercara L^* no puede ser mayor que la mitad de la placa: $L^* \leq L/2$. Esto nos permite estimar una cota inferior para el valor de las tensiones tangenciales en función de las dimensiones de la placa y de las propiedades termomecánicas de la placa y de la pared arterial:

$$\tau_0 \geq 2 \frac{B}{L} (\alpha_p - \alpha_s) \cdot \Delta T \cdot E_p \quad (7)$$

Se pueden emplear otros modelos bien conocidos para obtener la distribución de tensiones a lo largo de la intercara [13, 14], pero en todos ellos la máxima tensión tangencial obtenida es fuertemente dependiente de las hipótesis que se empleen para la interfase. Por ejemplo, el modelo de Wang y colaboradores [14] da la siguiente expresión para el perfil de tensiones tangenciales:

$$\tau_{Wang}(x) = \frac{3}{2} (\alpha_p - \alpha_s) \Delta T E_p \sqrt{\frac{B}{h_a}} \exp\left(\frac{x - L/2}{\sqrt{B h_a}}\right) \quad (8)$$

siendo h_a el espesor de la intercara entre placa y sustrato. Esta ecuación se ha obtenido suponiendo que todos los materiales son incompresibles y que el módulo de elasticidad de la intercara es comparable al de la placa. La tensión máxima que predice la ecuación (8) depende del cociente B/h_a , tendiendo a infinito cuando h_a tiende a cero. El valor medio de la tensión dada por (8) será:

$$\begin{aligned} \langle \tau \rangle_{Wang} &= \frac{2}{L} \int_0^{L/2} \tau dx = 3 \frac{B}{L} (\alpha_p - \alpha_s) \Delta T \\ &\times E_p \left[1 - \exp\left(\frac{-L}{2\sqrt{B h_a}}\right) \right] \end{aligned} \quad (9)$$

que para una capa fina de intercara ($\sqrt{B h_a} \ll L$) da como estimación de la tensión máxima:

$$\langle \tau \rangle_{Wang} \approx 3 \frac{B}{L} (\alpha_p - \alpha_s) \Delta T E_p \quad (10)$$

comparable a la expresión dada en (7).

Empleando el modelo de shear-lag [13] a la geometría mostrada en la figura 3 obtenemos un valor medio para las tensiones de intercara:

$$\begin{aligned} \langle \tau \rangle_{Cox} &= \frac{2}{L} \int_0^{L/2} \tau dx = 2 \frac{B}{L} (\alpha_p - \alpha_s) \Delta T \\ &\times E_p \left[1 - \frac{1}{\cosh\left(\sqrt{\frac{K}{E_p}} \frac{L}{2}\right)} \right] \end{aligned} \quad (11)$$

donde K es una constante que depende de la rigidez de la intercara. Si consideramos que la unión entre la placa y la pared es rígida, entonces $KL^2 \gg E_p$ y por lo tanto $1 - 1/\cosh(L/2 \cdot \sqrt{K/E_p}) \approx 1$. Con esta hipótesis, la ecuación (11) queda :

$$\langle \tau \rangle_{Cox} \approx 2 \frac{B}{L} (\alpha_p - \alpha_s) \Delta T E_p \quad (12)$$

que coincide plenamente con la expresión propuesta (7).

Introduciendo en la ecuación (7) los valores obtenidos experimentalmente para los coeficientes de dilatación de la placa ($\alpha_p=0.002^\circ\text{C}^{-1}$) y de la pared arterial ($\alpha_s=0.001^\circ\text{C}^{-1}$) y un módulo de elasticidad de la placa ($E_p=600\text{kPa}$) obtenido de los ensayos de tracción sobre la placa [9], llegamos a:

$$\tau_0 \geq 1.2\text{kPa}(\text{C}^\circ)^{-1} \cdot \frac{B}{L} \cdot \Delta T \quad (13)$$

que para una relación $B/L=0.2$ (basada en las medidas realizadas sobre las placas de ateroma en este trabajo) y con un incremento de temperatura correspondiente a un proceso febril de 40.5°C , es decir $\Delta T= 4^\circ\text{C}$, da lugar a unas tensiones tangenciales $\tau_0 \geq 960\text{Pa}$. Estas tensiones resultan muy superiores a las producidas por el flujo sanguíneo, que son del orden de $1\text{-}3\text{ Pa}$ y se consideran suficientes para provocar el despegue de la placa [15, 16]. Pese a su simplicidad, el modelo utilizado nos ha permitido obtener una estimación razonable de las tensiones en la interfase pared-placa, cuyo elevado valor nos indica que la temperatura debe ser tenida en cuenta como uno de los factores que contribuyen al despegue de la placa de ateroma.

5. CONCLUSIONES

En el presente trabajo se ha estudiado el efecto de temperatura en la estabilidad de las placas de ateroma. Se han obtenido experimentalmente los coeficientes de dilatación de la pared arterial y de las placas de ateroma.

Ha sido posible estudiar los diferentes grados de aterosclerosis mediante en empleo de un modelo animal con conejos a los que se les sometió a dietas diferentes según el grado de desarrollo de la enfermedad deseado.

Se ha elaborado un modelo matemático mediante el que se ha mostrado que un incremento de la temperatura corporal puede producir altas tensiones de intercara entre la pared arterial y la placa de ateroma.

Un incremento de la temperatura corporal no vendrá necesariamente acompañado por un suceso cardíaco adverso, pero puede añadirse a otros factores de riesgo y contribuir a la rotura por despegue de la placa.

AGRADECIMIENTOS

Los autores desean agradecer la dedicación y esfuerzo de los miembros del Laboratorio de Investigación Cardiovascular del Hospital Clínico San Carlos de Madrid, Panayotis Fantidis, Pablo González, Aranzazu Ortega y Mónica Torres, sin cuya colaboración no habría sido posible este trabajo.

Asimismo deseamos agradecer el apoyo financiero dado por la Comunidad de Madrid a través de los programas ESTRUMAT-CM (MAT/77) y MADR.IB-CM/S-SAL/0312/2006

REFERENCIAS

- [1] Spodick DH, Flessas AP, Johnson MM. *Association of Acute Respiratory Symptoms with Onset of Acute Myocardial-Infarction - Prospective Investigation of 150 Consecutive Patients and Matched Control Patients*. American Journal of Cardiology 53(4), pp. 481-482. 1984.
- [2] Meyers DG. *Myocardial Infarction, Stroke, and Sudden Cardiac Death May Be Prevented by Influenza Vaccination* Current Atherosclerosis Reports 5, pp. 146-149. 2003.
- [3] Ammann P, Marschall S, Kraus M, et al. *Characteristics and prognosis of myocardial infarction in patients with normal coronary arteries*. Chest 117(2), pp. 333-338. 2000.
- [4] Bainton D, Jones GR, Hole D. *Influenza and Ischaemic Heart Disease-a Possible Trigger for Acute Myocardial Infarction?* Int. J. Epidemiol. 7(3), pp. 231-239. 1978.
- [5] Atienza JM, Guinea GV, Rojo FJ, et al. *Influencia de la presión y la temperatura en el comportamiento de la aorta y las carótidas humanas*. Revista Española De Cardiología 60(3), pp. 259-267. 2007.
- [6] Atienza JM, Guinea GV, Rojo FJ, et al. *Comportamiento Termomecánico de los Vasos Sanguíneos Humanos*. Anales de Mecánica de la Fractura 23, pp. 575-580. 2006.
- [7] Orihara K, Biro S, Hamasaki S, et al. *Hyperthermia at 43°C for 2h inhibits the proliferation of vascular smooth muscle cells, but not endothelial cells*. J Mol Cell Cardiol 34, pp. 1205-1215. 2002.
- [8] Khatri P, Babyak M, Croughwell N, et al. *Temperature during coronary artery bypass surgery affects quality of life*. Ann Thorac Surg 71, pp. 110-116. 2001.
- [9] Guinea GV, Atienza JM, Fantidis P, et al. *Increases of Corporal Temperature as a Risk Factor of Atherosclerotic Plaque Instability*. Annals of Biomedical Engineering, (In press). 2007.
- [10] Timoshenko S. *Analysis of Bi-metal Thermostats*. J. Opt. Soc. Amer. 11, pp. 233-255. 1925.
- [11] Kelly A, Tyson WR. *Tensile Properties of Fibre-Reinforced Metals - Copper/Tungsten and Copper/Molybdenum*. Journal of the Mechanics and Physics of Solids 13(6), pp. 329-350. 1965.

- [12] Hayashi K, Imai Y. *Tensile property of atheromatous plaque and an analysis of stress in atherosclerotic wall*. J Biomech 30(6), pp. 573-579. 1997.
- [13] Cox HL. *The Elasticity and Strength of Paper and Other Fibrous Materials*. British Journal of Applied Physics 3(MAR), pp. 72-79. 1952.
- [14] Wang KP, Huang YY, Chandra A, et al. *Interfacial shear stress, peeling stress, and die cracking stress in trilayer electronic assemblies*. Ieee Transactions on Components and Packaging Technologies 23(2), pp. 309-316. 2000.
- [15] Gibson CM, Diaz L, Kandarpa K, et al. *Relation of vessel wall shear stress to atherosclerosis progression in human coronary arteries*. Arterioscler Thromb 13(2), pp. 310-315. 1993.
- [16] Sanmartin M, Goicolea J, Garcia C, et al. *Influence of shear stress on in-stent restenosis: in vivo study using 3D reconstruction and computational fluid dynamics*. Rev Esp Cardiol 59(1), pp. 20-27. 2006.

CARACTERIZACIÓN MECÁNICA DE LAS PROPIEDADES DEL TEJIDO ÓSEO CORTICAL

J. Grasa, L. A. González, M. J. Gómez Benito, J. M. García-Aznar, J. A. Bea, P. J. Laborda, M. Doblaré

Grupo de Mecánica Estructural y Modelado de Materiales (GEMM),
Instituto de Investigación en Ingeniería de Aragón (I3A)
Ed Torres Quevedo, C/Maria de Luna 3,
50018 Zaragoza. España
E-mail: jgrasa@unizar.es

RESUMEN

El presente trabajo recoge los resultados obtenidos en los ensayos mecánicos "in vitro" llevados a cabo sobre una serie de tibias de oveja. Cada una de las tibias se somete a un ensayo no destructivo de flexión a cuatro puntos que permite obtener, con una configuración adecuada del procedimiento de ensayo, el denominado perfil polar de rigidez a flexión. Este indicador, que recoge los diferentes valores de rigidez del hueso dependiendo de su orientación respecto a los diferentes planos de referencia (anterior, posterior, lateral y medial), permite caracterizar de forma global su comportamiento a flexión. Posteriormente, las tibias se someten a un ensayo destructivo de torsión obteniendo de esta forma los parámetros característicos de este ensayo.

ABSTRACT

This paper shows the results obtained in mechanical "in vitro" tests of sheep tibias. Each specimen is subjected to a non destructive four point bending test that allows obtaining, under an adequate configuration, the polar profile of bending stiffness. This parameter takes into account different values of stiffness depending on the bone orientation according the different reference planes (anterior, posterior, lateral and medial). Therefore, it is possible to characterize the global bending behaviour of the bone. After that, tibias are subjected to a torsion destructive test to obtain the characteristic parameters.

PALABRAS CLAVE: Tejido Óseo, propiedades mecánicas.

1. INTRODUCCIÓN

El conocimiento detallado de las propiedades mecánicas del tejido óseo resulta de gran importancia en aspectos tales como la simulación computacional de implantes [1], influencia de determinadas enfermedades [2], acción de fármacos [3], recuperación de fracturas [4].

Son muy numerosos los estudios elaborados y dirigidos a la caracterización del comportamiento del hueso así como los procedimientos y ensayos propuestos por sus autores [5,6,7]. Estos ensayos son realizados comúnmente "in vitro" sobre huesos de animales con características similares al humano que han sido objeto de algún tipo de experimentación previa y de la que se pretende extraer algún indicador. La mayor ventaja de este tipo de muestras animales es su mayor disponibilidad y numerosas posibilidades de experimentación frente a las procedentes de seres humanos.

En el presente trabajo se muestra la elaboración de una metodología de trabajo utilizada para caracterizar las propiedades mecánicas de tibias de oveja presentando una serie de principales resultados. Esta metodología

pretende utilizarse como parte de líneas de trabajo futuras en la elaboración de modelos computacionales y de estudios de regeneración ósea.

La rigidez de la parte medial de la tibia de la oveja, al igual que la de los huesos largos del cuerpo humano, está determinada, fundamentalmente, por el hueso cortical, con lo que los ensayos aquí recogidos proporcionan resultados de los principales parámetros que caracterizan este tipo de formación ósea. Cabe destacar además que esta región no presenta una sección regular sino que varía según la posición que ocupe respecto a la parte anterior, posterior, lateral o medial.

Cada espécimen, es sometido a un ensayo no destructivo de flexión a cuatro puntos donde se modifica sucesivamente la orientación del hueso respecto al plano de carga con la finalidad de estudiar la variación de la rigidez debida a la asimetría de la sección transversal del hueso. Tras esta serie de ensayos que no superan en ningún momento el límite elástico del mismo, el hueso se ensaya a torsión hasta rotura.

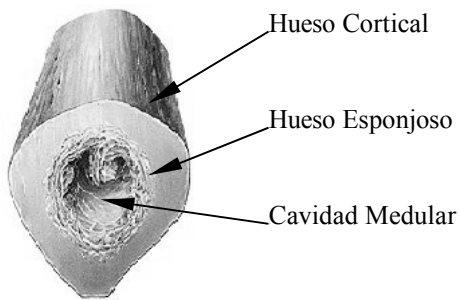


Figura 1. Sección transversal de la parte medial de un hueso largo.

Los resultados obtenidos proporcionan información acerca del estado y características del tejido que contrastada con muestras de otras poblaciones permiten obtener indicadores sobre parámetros como los descritos anteriormente.

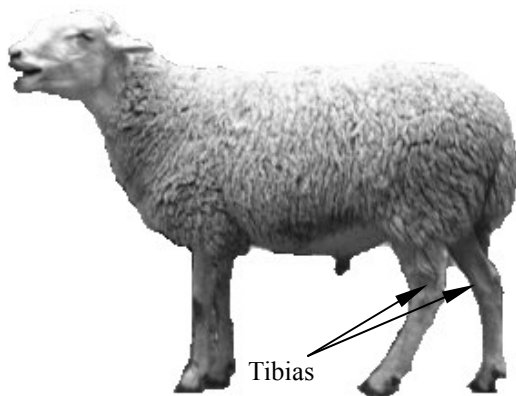


Figura 2. Tibias de las extremidades posteriores de una oveja "rasa aragonesa".

Las tibia utilizadas para estos ensayos han sido extraídas de ovejas de la especie "rasa aragonesa" con edades comprendidas entre los 2 y 5 años y un peso de entre 40 y 50 kg (Figura 2). El sacrificio de los animales se lleva a cabo según el procedimiento quirúrgico a través de una sobredosis de anestésico (Tiopental sódico).

2. MATERIAL Y MÉTODO

2.1. Preparación de las muestras

Cuando se produce el sacrificio y disección del animal, la tibia de la oveja se congela a una temperatura aproximada de -25°C hasta la realización del ensayo. Este proceso de congelación, según numerosos autores, permite mantener invariables las propiedades mecánicas de los huesos largos [8]. La descongelación se realiza a temperatura ambiente manteniendo la humedad del mismo haciendo uso de una gasa empapada en suero fisiológico.

El principal problema que surge a la hora de aplicar carga sobre la tibia es cómo fijar la misma a la máquina de ensayos. Es por ello que ha sido necesario diseñar unos utensilios que permiten fijar los extremos del

hueso y aplicar sobre los mismos el estado de cargas correspondiente al tipo de ensayo a realizar. Así, estos utillajes son básicamente unos recipientes mecanizados en aleación de aluminio donde se ubica en uno de ellos la cabeza proximal de la tibia y en el otro la cabeza distal.

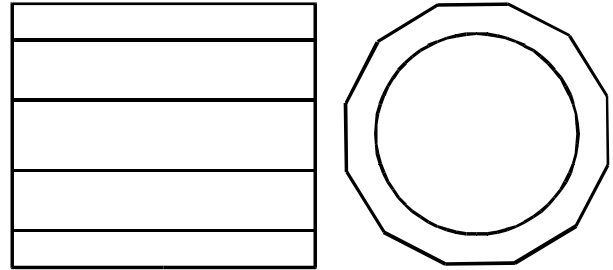


Figura 3. Esquema de los utillajes para la fijación del hueso y para su ubicación en la máquina de ensayos.

Cada uno de los extremos del hueso se fija solidariamente al interior de estos utillajes haciendo uso de una aleación fusible eutéctica Bi50/Pb25/Cd12,5/Sn12,5 conocida como Metal de Woods®. Esta aleación presenta un punto de fusión de 70°C y una densidad de $9,67 \text{ g/cm}^3$ que la convierte en un elemento muy versátil para fijar una geometría tan irregular. De este modo, el hueso se centra en el interior de la cavidad de los utillajes y manteniendo su posición se vierte sobre él esta aleación fundida que al enfriar garantiza una correcta fijación.

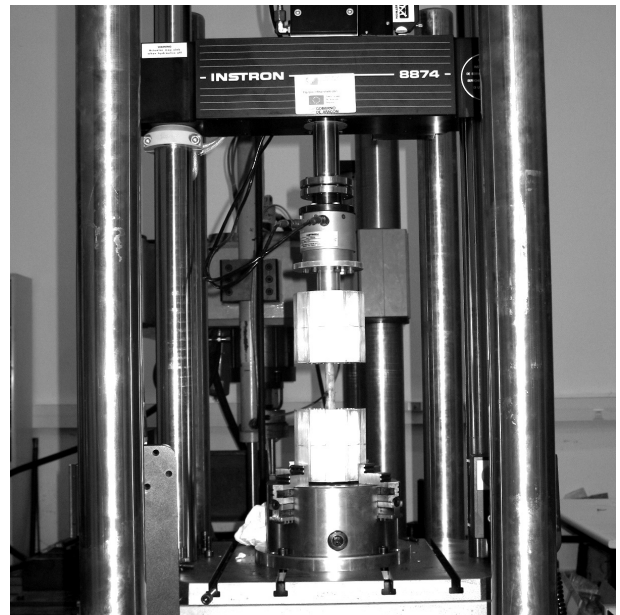


Figura 4. Máquina biaxial de ensayos INSTRON®.

La Figura 4 muestra el dispositivo de ensayo con la tibia fijada a través de los utillajes anteriormente descritos a una máquina hidráulica biaxial INSTRON® 8874.

2.2. Ensayo de flexión a cuatro puntos no destructivo

El objetivo del ensayo a flexión cuatro puntos es la determinación de la rigidez del hueso respecto a diferentes planos de actuación de la carga. De este modo es posible estudiar la influencia de la geometría de la zona medial del hueso respecto a su rigidez a flexión. El procedimiento de ensayo implica las siguientes tareas:

- En primer lugar es necesario ubicar y centrar el hueso en el interior de los utillajes (Figura 2) para fijarlo a los mismos utilizando el Metal de Woods®.
- Se coloca el hueso fijado a los utillajes en el dispositivo de ensayo tal y como se muestra en la Figura 5.
- El ensayo se lleva a cabo bajo control en desplazamiento a una velocidad del actuador de 1 mm/s. Con esta velocidad se pretende evitar cualquier efecto dinámico.
- Cuando el actuador alcanza un valor en carga de 4000 N el ensayo se detiene. Este valor límite ha sido establecido para no sobrepasar en ningún momento la región de comportamiento elástico del hueso. Esta carga máxima ha sido determinada con muestras que han sido desechadas posteriormente.
- Las mordazas se giran 30° y se repite de nuevo el ensayo. En total estos pasos se repiten 12 veces con la ayuda de las caras paralelas de las que están dotados los utillajes, para completar los 360°.

La distancia entre los cilindros de aplicación de la carga (elemento superior) es de 150 mm. La distancia entre los cilindros de los apoyos inferiores es de 240 mm. El tramo de tibia sometido a flexión constante es de 100 mm.

2.3. Ensayo de torsión destructivo

Mediante el ensayo destructivo de torsión es posible obtener información relacionada con la resistencia del hueso independientemente de la asimetría de su sección transversal y de su orientación relativa al realizar el ensayo.

En este caso, el espécimen que se mantiene fijado a los dos elementos descritos previamente y que han sido utilizados para el ensayo a flexión, se dispone sobre la máquina alineado con el eje de giro de la misma. La Figura 6 muestra la disposición de los elementos en la máquina para el ensayo a torsión una vez finalizado éste. En esta figura se puede apreciar que el elemento superior al que se encuentra fijado el hueso se atornilla a la parte móvil de la máquina. El elemento inferior por su parte se encuentra perfectamente inmovilizado.

El ensayo se realiza bajo control de desplazamiento, con una velocidad de 0,5°/s registrando simultáneamente el momento torsor aplicado y el giro relativo entre los extremos del hueso. Se fija un límite en el giro de la máquina tal que supere aquel en el que el hueso se fracturará por completo.

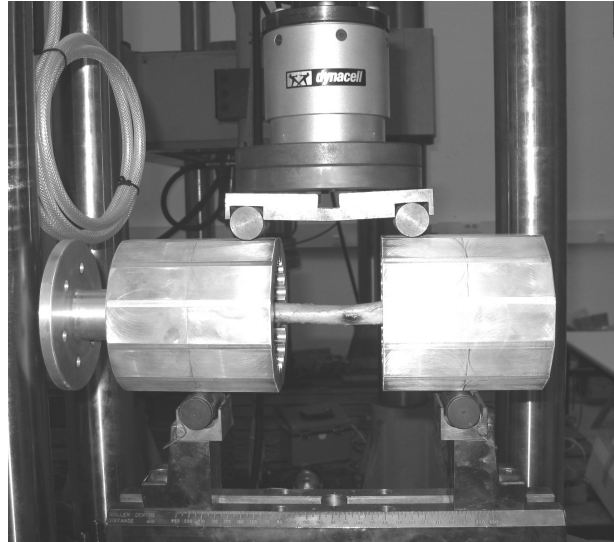


Figura 5. Configuración experimental para el ensayo a flexión cuatro puntos.



Figura 6. Configuración experimental para el ensayo a torsión hasta rotura.

3. RESULTADOS

Las dos diferentes metodologías de ensayo propuestas anteriormente proporcionan a su vez dos grandes bloques de resultados. Por un lado, los correspondientes a la flexión en distintos planos del hueso y por otro la resistencia a la rotura.

En primer lugar, la Figura 7 muestra los resultados correspondientes a los 12 ensayos a flexión obtenidos para una tibia. En dicha figura aparecen las rectas que caracterizan la zona de comportamiento elástico de la región medial del hueso. En ordenadas aparece representada la fuerza aplicada por la máquina y en abscisas el desplazamiento de los puntos de aplicación de la carga. La Tabla 1 muestra los valores de las pendientes de estas rectas en N/mm, en esta puede observarse que la mayor rigidez a flexión se da para un valor de 150° - 330°.

La distribución de la rigidez como función del plano de aplicación de la carga puede representarse en lo que se conoce como perfil polar de rigidez a flexión [1]. Teóricamente, considerando que la rigidez es simétrica en cada plano (la misma para una orientación de 0° y 180°) y asumiendo que los tejidos presentan la misma rigidez a compresión que a tracción, la distribución polar de la rigidez a flexión tendría la forma de una elipse centrada en el origen.

La Figura 8 muestra el perfil polar de rigidez obtenido para una tibia. En esta figura el ángulo inicial 0° se corresponde con la parte anterior de la tibia, el ángulo de 90° con la parte medial, 180° con la región posterior y 270° con la cara lateral. La rigidez en todos los casos se encuentra por debajo de los

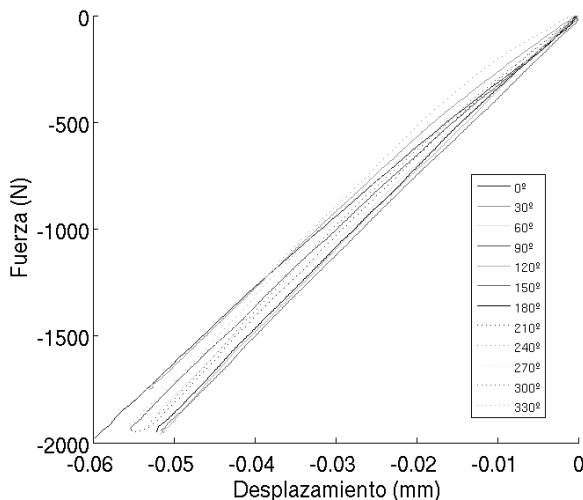


Figura 7. Resultados obtenidos para el ensayo a flexión cuatro puntos de la carga frente al desplazamiento para las 12 orientaciones diferentes del hueso.

Este tipo de representación puede utilizarse para comparar diferentes muestras entre si con la finalidad de obtener algún indicador que modifique las características resistentes del hueso. Uno de los efectos que puede estudiarse a través de este ensayo es el proceso de reducción de fracturas, en este proceso, obteniendo especímenes para diferentes estados de formación de callo óseo aporta información acerca de cómo se está produciendo el proceso de reconstrucción.

Tabla 1. Pendientes de las rectas mostradas en la Figura 4, en N/mm.

0°	32737	120°	37159	240°	34992
30°	33269	150°	37310	270°	34834
60°	35353	180°	33091	300°	36445
90°	34808	210°	32995	330°	37209

En segundo lugar, la curva correspondiente al ensayo de torsión se muestra en la Figura 9. En este gráfico el par aplicado por la máquina expresado en Nm aparece representado en función del ángulo girado. El par máximo donde se produce la pérdida de la capacidad resistente del hueso es de aproximadamente 9,1 Nm cuando se ha girado un ángulo de aproximadamente 2,6°. La pendiente de esta recta es de 3,16 Nm/°.

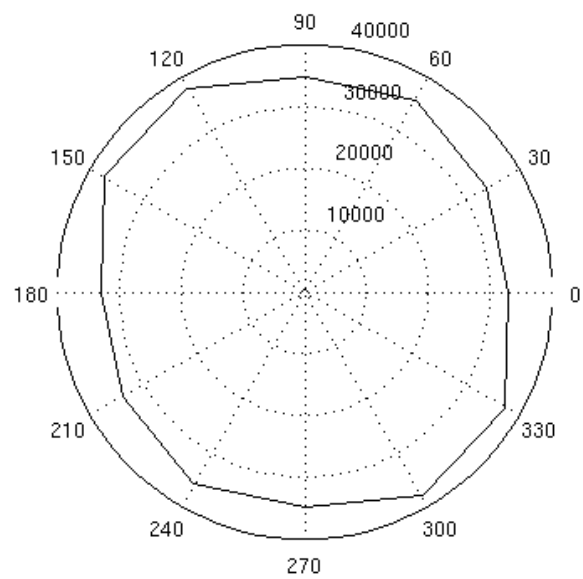


Figura 8. Perfil polar de rigidez del hueso. El valor de 0° se corresponde con la cara anterior del mismo, 90° con la cara medial, 180° cara posterior y 270° con la parte lateral.

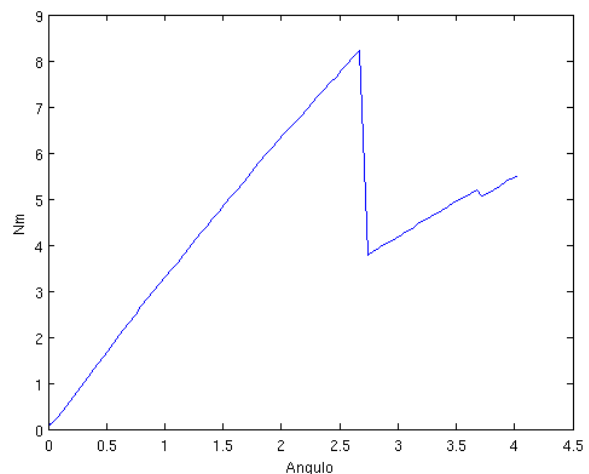


Figura 9. Curva correspondiente al ensayo a torsión.

4. CONCLUSIONES

A través de la metodología propuesta en este trabajo es posible caracterizar de una manera sencilla las propiedades mecánicas de la región medial de huesos largos. Este procedimiento puede aplicarse a cualquier tipo de hueso de estas características y de cualquier procedencia (distintos animales, humanos)

Fijando el hueso a unos utillajes de un diseño especial, una misma muestra puede ensayarse a flexión cuatro puntos, para diferentes planos de actuación de la carga, doce en total, y un ensayo a torsión hasta rotura. Sería posible también, de la misma forma realizar un ensayo a tracción-compresión que proporcione información sobre su comportamiento ante este tipo de sollicitación.

A la vista de los resultados obtenidos en el ensayo a flexión cuatro puntos junto con el perfil polar de rigidez puede concluirse que pese a pequeñas diferencias, los modelos que suponen la región central del hueso como cilíndrica para el hueso sano, son una buena aproximación a la realidad.

Se ha escogido como protocolo de ensayo para el estudio de la rigidez a la flexión del hueso el método de cuatro puntos por las posibilidades que ofrece de aplicación de carga sin necesidad de incidir directamente sobre el hueso. Este método, cuando se utilice en la caracterización de la regeneración ósea (ver apartado siguiente), permite someter a la región medial a una flexión constante lo que supone solicitar al callo de fractura de una manera uniforme.

5. LINEAS FUTURAS

Como líneas de desarrollo futuro planteadas tras la implementación de esta metodología de ensayo se presenta por un parte, el estudio y caracterización estadística de un suficiente número de muestras que permita caracterizar el comportamiento del hueso y obtener sus propiedades para utilizarlas en modelos de simulación computacional (Figura 10).

Por otro lado, este tipo de ensayos resultan de gran utilidad en estudios de procesos de regeneración ósea como reducción de fracturas para el estudio de óptima generación del callo óseo.

La Figura 11 muestra la formación del callo de fractura en la tibia de una oveja tras la implantación de un fijador externo. La idoneidad de este tipo de fijadores puede caracterizarse, entre otros muchos aspectos, por medio de las buenas propiedades resistentes del callo en su proceso de formación.

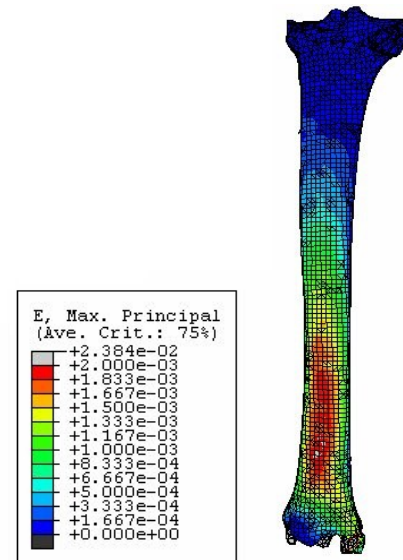


Figura 10. Simulación computacional del comportamiento de la tibia de oveja.

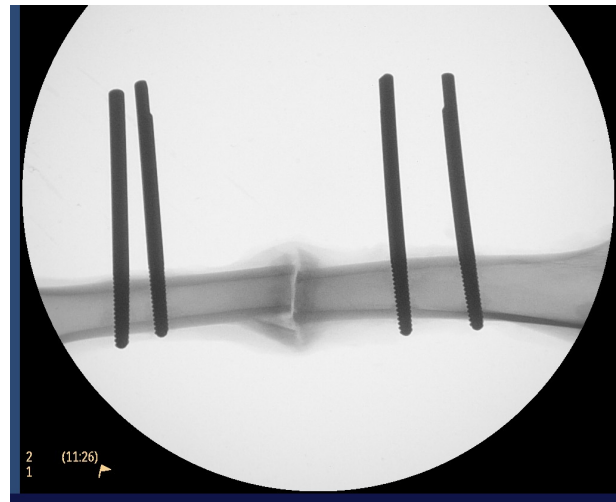


Figura 11. Formación del callo de fractura en una tibia de oveja.

REFERENCIAS

- [1] Comín M., Caracterización biomecánica del proceso de reparación de fracturas: Desarrollo y validación de un modelo evolutivo de callo de fractura. Tesis Doctoral. Universidad Politécnica de Valencia. 2000.
- [2] Sun S. S., Ma H. L., Liu C. L., Huang C. H., Cheng C. K., Wei H. W., Difference in femoral head and neck material properties between osteoarthritis and osteoporosis. *Clinical Biomechanics*, Vol. in Press.
- [3] Allen M. R., Hogan H. A., Hobbs W. A., Koivuniemi A. S., Koivuniemi M. C., Burr D. B., Raloxifene enhances material-level mechanical properties of femoral cortical and trabecular bone. *Endocrinology*, 148(8), 3908-3913. 2007.
- [4] Aalto K., Holmström T., Karaharju E., Joukainen J., Paavolainen P., Slätis P., Fracture repair during external fixation. Torsion tests of rabbit osteotomies. *Acta Orthop Scand.*, 58(1), 66-70. 1987.
- [5] Goldmann T., Seiner H., Landa M., Determination of elastic coefficients of bone and composite materials by acoustic immersion technique. *Technol Health Care*, 14(4-5), 219-232. 2006.
- [6] Cuppone M., Seedhom B. B., Berry E., Ostell A. E., The longitudinal Young's modulus of cortical bone in the midshaft of human femur and its correlation with CT scanning data. *Calcif Tissue Int.*, 74(3), 302-309. 2003.
- [7] Bayraktar H. H., Morgan E. F., Niebur G.L., Morris G. E., Wong E. K., Keaveny T. M., Comparison of the elastic and yield properties of human femoral trabecular and cortical bone tissue. *J Biomech*, 37(1), 27-35. 2004.
- [8] Pelker R. R., Friedlaender G. E., Markham T. C., Panjabi M. M. y Moen C. J., Effects of freezing and freeze-drying on the biomechanical properties of rat bone. *J. Orthop. Res.* 1(4), 405-411. 1984.

ESTUDIO MICROESTRUCTURAL Y MECÁNICO DE NUEVAS ALEACIONES Ti-Nb-Hf

M. González^{1,2}, M.Arciniegas¹, J.Peña^{1,2}, J.M. Manero¹, F.J. Gil¹

¹ Departamento de Ciencia de los Materiales e Ingeniería Metalúrgica. Universidad Politécnica de Cataluña. Av. Diagonal 647, 08028. Barcelona

² Departamento de Materiales y Diseño. Escola Superior en Disseny ELISAVA.
C/Ample 11-13, 08002. Barcelona.
E-mail: Marta.Gonzalez.Colominas@upc.edu

RESUMEN

Las aleaciones NiTi son las únicas aleaciones con memoria de forma que se han utilizado como materiales implantables en el cuerpo humano. Sin embargo, recientes estudios muestran que la liberación de iones Ni al tejido del entorno causa reacciones adversas generando diferentes tipos de alergia. El presente trabajo tiene como objetivo diseñar, producir y caracterizar nuevas aleaciones de Ti libres de Ni que puedan ser posibles sustitutos de las aleaciones TiNi y que además, favorezcan los procesos de regeneración ósea presentando una respuesta elástica similar a la del hueso.

Un método basado en la teoría de orbitales moleculares ha sido implementado para el diseño de tres nuevas aleaciones del sistema Ti-Nb-Hf. Mediante nanoindentación se han obtenido los módulos de elasticidad y junto con TEM se han investigado los fenómenos de transformación de fase y comportamiento termoelástico de estas aleaciones.

Las aleaciones presentan fase β , $\beta + \alpha'$ y $\beta + \alpha''$ y una respuesta elástica entre 70-80 GPa, valores inferiores a los que presentan las aleaciones comercializadas en implantología de transferencia de carga. La aleación $\beta + \alpha''$ exhibe transformación de fase reversible debido a la presencia de placas de martensita termoelástica α'' en el interior de los granos de β .

ABSTRACT

Among many shape memory alloys, only NiTi alloys have been used as implantable materials in the human body. However, in recent studies it has been pointed out that Ni ions release produces adverse reactions in the surrounding tissue which generate different kinds of allergy. The objective of this work is to design, produce and characterise new Ni-free Ti alloys as possible NiTi substitute materials and also, enhancing the bone regeneration by presenting a similar bone elastic response.

A method based on the molecular orbital theory has been implemented to design three new Ti-Nb-Hf system alloys. The elastic moduli have been obtained by means of nanoindentation and also TEM was used to investigate phase transformation phenomenon and thermoelastic behaviour of that alloys.

The alloys present β phase, $\beta + \alpha'$ and $\beta + \alpha''$ and an elastic response between 70-80 GPa, values lower than those of the commercial alloys used in implants-bone load transfer. The alloy $\beta + \alpha''$ exhibits reversible phase transformation due to the presence of thermoelastic martensitic α'' plates inside the β grains.

PALABRAS CLAVE: Aleaciones de Ti libres de Ni, memoria de forma, bajo módulo elástico, nanoindentación.

1. INTRODUCCIÓN

El efecto memoria de forma se refiere a la habilidad de ciertos materiales de recuperar la forma original provocada por la transformación termoelástica del material como consecuencia de cambios de temperatura o de aplicación de carga. Las principales características además del efecto de memoria de forma de estas

aleaciones son la superelasticidad, la alta capacidad de amortiguamiento, la resistencia al desgaste y el bajo módulo elástico [1,2,3]. Estas propiedades las convierten en prometedoras candidatas para aplicaciones biomédicas como placas de osteosíntesis, clavos fijadores y prótesis. Además de tener excelentes propiedades de memoria de forma, para ser utilizadas en aplicaciones biomédicas deben ser resistentes a la corrosión y biocompatibles [4].

De entre todas las aleaciones con memoria de forma, las únicas que reúnen los requisitos mencionados son las aleaciones NiTi [5].

Sin embargo, recientes estudios muestran que la liberación

de iones Ni al tejido del entorno causa reacciones adversas como alergia, que alcanza valores del 20% en las mujeres jóvenes [6,7]. Existen dos principales vías de solución de este problema: la modificación superficial mediante métodos como la reducción de la concentración de Ni por oxidación superficial [8] y la producción de aleaciones de Ti libres de Ni [9,10,11,12,13].

El diseño de aleaciones de Ti tipo β formadas por elementos biocompatibles como los metales de transición ha llevado a la búsqueda de aleaciones de bajo módulo elástico para evitar los problemas de apantallamiento de cargas y favorecer de este modo la regeneración ósea [9,14]. Por tanto la búsqueda se centrará en imitar las propiedades mecánicas del hueso cortical el cual tiene un módulo de elasticidad de aproximadamente 25 GPa [15]. Los materiales comerciales utilizados en implantología de transferencia de carga presentan módulos de 110 a 220 GPa, correspondientes respectivamente a las aleaciones de Ti y a las aleaciones Co-Cr-Mo [9].

En 1992, Morinaga y sus colaboradores desarrollaron el método de orbitales moleculares, un método de diseño de aleaciones en una determinada fase a través del cual se establece la composición química de la aleación de Ti. [16,17,18] Un nuevo mapa de propiedades, basado en el método anterior ha sido implementado en el diseño de las nuevas aleaciones del presente trabajo.

El objetivo de este trabajo es el diseño, producción y caracterización de nuevas aleaciones de Ti libres de Ni con bajo módulo elástico y/o memoria de forma para aplicaciones biomédicas. Para ello se ha implementado un nuevo método de diseño y se ha utilizado un horno de vacío de arco eléctrico para su producción. Se ha realizado la caracterización microestructural y mediante nanoindentación instrumentada y TEM se han obtenido los módulos de elasticidad y se ha estudiado el comportamiento termoelástico de las aleaciones.

2. MATERIALES Y MÉTODOS

Un método teórico basado en la teoría de orbitales moleculares ha sido implementado para el diseño de tres nuevas aleaciones ternarias Ti-Nb-Hf [19]. El método consiste en la creación de un nuevo mapa basado en los parámetros orden de enlace (Bo) y nivel energético del orbital d (Md), calculados utilizando la implementación de Khon-Sham de la Teoría de la Densidad Funcional (DFT) [20] y fundamentado por una base de datos de 132 aleaciones. El mapa distingue regiones, las cuales vienen delimitadas por la fase presente en la aleación, α o β . Además se observan dos zonas delimitadas por las líneas continuas y punteadas de la figura 1, correspondientes respectivamente a aleaciones de bajo módulo y memoria

de forma. Se han seleccionado tres parejas (\overline{Bo} , \overline{Md}) dentro de la región de fase β con el objetivo de estudiar un nuevo sistema y una nueva zona del mapa de diseño, en la frontera entre las aleaciones con memoria de forma y las de bajo módulo elástico. Se han establecido las composiciones químicas de las aleaciones, las cuales aparecen indicadas en la Tabla 1.

La temperatura β -transus y el Mo equivalente han sido calculados utilizando las expresiones (1) y (2) con el objetivo de diseñar el tratamiento térmico [21]. La β -transus del Ti puro está reportada a 882 °C y la adición de β -estabilizantes disminuye su valor.

$$T_{\beta\text{transus alloy}} = T_{\beta\text{transus Ti}} - 7.22\%_{wt} Nb \quad (1)$$

$$[Mo]_{eq} = 0.28\%_{wt} Nb \quad (2)$$

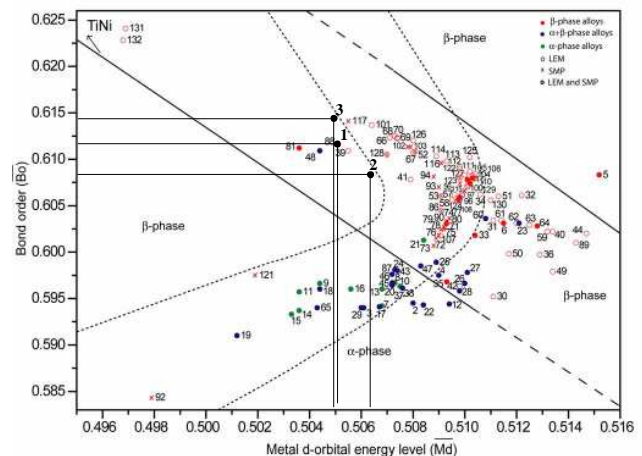


Figura 1. Mapa de aleaciones en función de los parámetros Md y Bo.

Las tres aleaciones ternarias Ti-Nb-Hf han sido obtenidas en un horno de arco eléctrico de vacío a partir de los elementos puros (99.9%). Los botones obtenidos se han encapsulado en vidrio de cuarzo al vacío y se han sometido a un tratamiento de solución a 1100 °C durante 1.5 horas seguido de un temple en una mezcla agua/etanol a 0 °C.

Se han caracterizado microestructuralmente mediante microscopía óptica utilizando reactivo Keller (2 mL HF, 3 mL HCl, 5 mL HNO₃ y 190 mL H₂O destilada), mediante TEM, utilizando la solución electrolítica (400 mL butoxietanol, 400 mL metanol y 100 mL ácido perclórico) y mediante difracción de rayos X.

Estudios de calorimetría diferencial de barrido se han llevado a cabo en un equipo DSC Q1000 TA Instruments. Se han realizado dos ciclos completos desde -90 a 200 °C con una velocidad de calentamiento y enfriamiento de 10 °C/min con el objetivo de caracterizar

la presencia de transformación martensítica termoelástica.

Finalmente se han realizado ensayos de nanoindentación instrumentada utilizando un equipo MTS Nano Indenter XP con CSM (*Continuous Stiffness Measurement*) para determinar el módulo elástico mediante ensayos monotónicos a 2000 nm de profundidad con punta Berkovich. Además, se han realizado estudios de nanoindentación cíclica incrementando la carga hasta alcanzar una profundidad de 2000 nm en 7 ciclos con punta esférica para investigar la existencia de transformación martensítica termoelástica. Los datos han sido analizados utilizando el método de Oliver & Pharr [22,23].

3. RESULTADOS Y DISCUSIÓN

Las Tabla 1 recoge las propiedades más relevantes de la caracterización microestructural y mecánica de las tres nuevas aleaciones.

Como era esperado, se aprecia una importante disminución de la temperatura β -transus en función del aumento del Mo equivalente. Por lo que el tratamiento térmico realizado garantiza la formación de fase β . Además el elevado tamaño de grano se justifica por la gran diferencia de temperatura entre la β -transus y el tratamiento térmico. Los resultados de β -transus y Mo equivalente están recogidos en la Tabla 1.

Los resultados de microscopía óptica muestran la presencia de granos de fase β en las tres aleaciones de estudio (ver figura 2) con tamaños de grano indicados en la tabla. Pequeñas regiones de placas martensíticas han sido observadas en las aleaciones 1 y 2 (ver figura 2a y 2b), lo cual plantea la posibilidad de transformación martensítica en estas aleaciones.

Los espectros obtenidos por difracción de rayos X presentan picos de difracción correspondientes a los planos (110) y (200) confirmando la presencia de fase β en todas las aleaciones como se aprecia en la figura 3. Los resultados corroboran la observación de microscopía óptica revelando la presencia de martensita en las aleaciones 1 y 2 con los picos de difracción asociados a los planos (020), (021) y (113). Además, los resultados confirman la presencia de únicamente fase β en la aleación número 3.

Los espectros obtenidos por calorimetría diferencial de barrido no muestran evidencias de transformación martensítica en ninguna de las aleaciones estudiadas. Este hecho puede ser debido a los bajos valores de las entalpías de la transformación, como aparece referenciado en la bibliografía para este tipo de aleaciones libres de Ni [11].

Sin embargo, en las imágenes obtenidas por TEM de la aleación número 1 se ha observado una estructura de

placas martensíticas (figura 4), que al aumentar la intensidad del haz de electrones se reorienta y desaparece. Este hecho implicaría que el calor producido por el haz de electrones induce la transformación martensítica del material, justificando de esta manera la reversibilidad de la misma (transformación termoelástica).

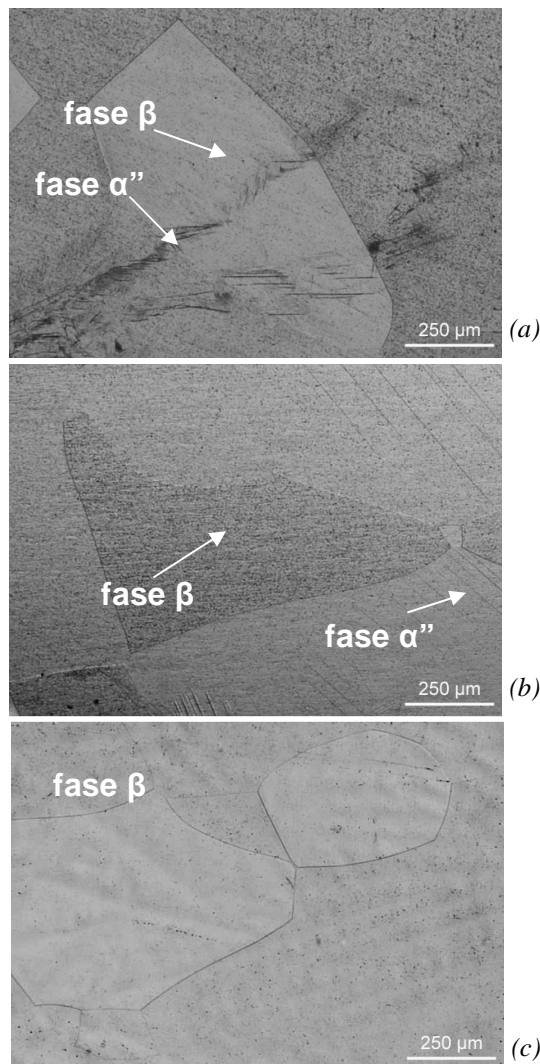


Figura 2. Imágenes de microscopía óptica de la aleación 1 (a), de la aleación 2 (b) y de la aleación 3 (c), después del tratamiento térmico.

Así mismo, en la aleación número 2 también se han observado placas de martensita estables esta vez con la temperatura del haz (figura 5).

Los resultados de nanoindentación muestran valores de módulos de elasticidad de entre 70-80 GPa, valores que están por debajo de las aleaciones comercialmente empleadas en implantología de transferencia de carga. Además, el valor más bajo de módulo elástico corresponde a la aleación número 1, con 74 GPa, aleación que además presenta placas de martensita α' en el interior de los granos β . Este hecho está en consonancia con lo reportado en la bibliografía que marca que en este tipo de aleaciones la transformación

Tabla 1. Propiedades relevantes de las tres nuevas aleaciones. TFT: transformación de fase termoelástica observada por nanoindentación instrumentada.

Composición química (wt %)	Nº	Ø grano (µm)	β-transus (°C)	Mo.eq.	Microestructura	TFT	E (GPa)
Ti-21.6Hf-23.7Nb	1	900 ± 482	709	6.7	β + α''	Sí	74 ± 3
Ti-7.45Hf-31Nb	2	850 ± 492	658	8.7	β + α'	No	76 ± 4
Ti-21.16Hf-35Nb	3	525 ± 178	629	9.8	β	No	91 ± 2

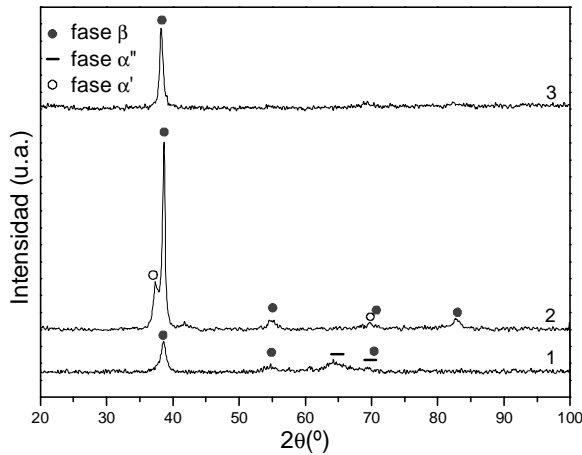


Figura 3. Patrones de difracción de las tres aleaciones, después del tratamiento térmico.

martensítica hace que el módulo elástico disminuya [24]. La figura 6 muestra las curvas P-h obtenidas por nanoindentación cíclica con punta esférica incrementando la carga hasta alcanzar una profundidad de 2000 nm en 7 ciclos. Las curvas P-h de la aleación 1 (figura 6a) muestran discontinuidades en la curva carga-desplazamiento a partir del cuarto ciclo de carga-descarga, discontinuidad denominada pop-in [25]. A continuación de la aparición del primer pop-in, se forma

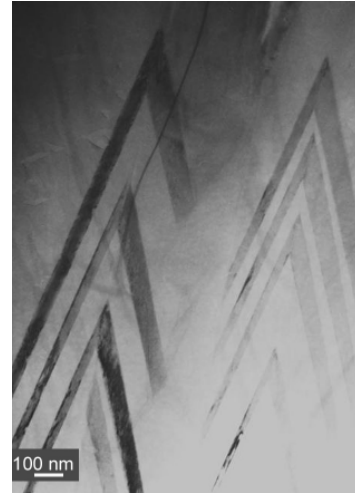


Figura 5. Imagen de TEM de la aleación 2.

el primer loop de histéresis entre la curva de descarga y la de recarga. Ambos eventos, pop-in y loop de histéresis son indicativos de la existencia de transformación de fase en el material durante el ensayo de nanoindentación. En dicha aleación 1, la transformación de fase manifestada por los pop-in y los pequeños loops de histéresis correspondería a la transformación martensítica termoelástica inducida por tensión que tiene lugar bajo la punta del indentador.

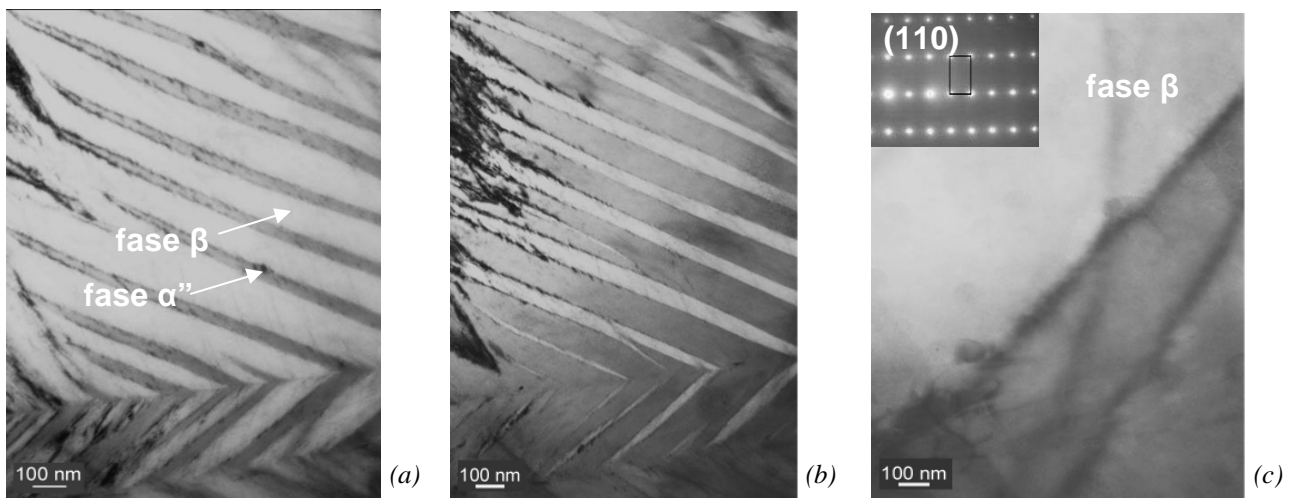


Figura 4. Imágenes de TEM de la aleación 1 a baja intensidad del haz de electrones (a), media (b) y alta (c).

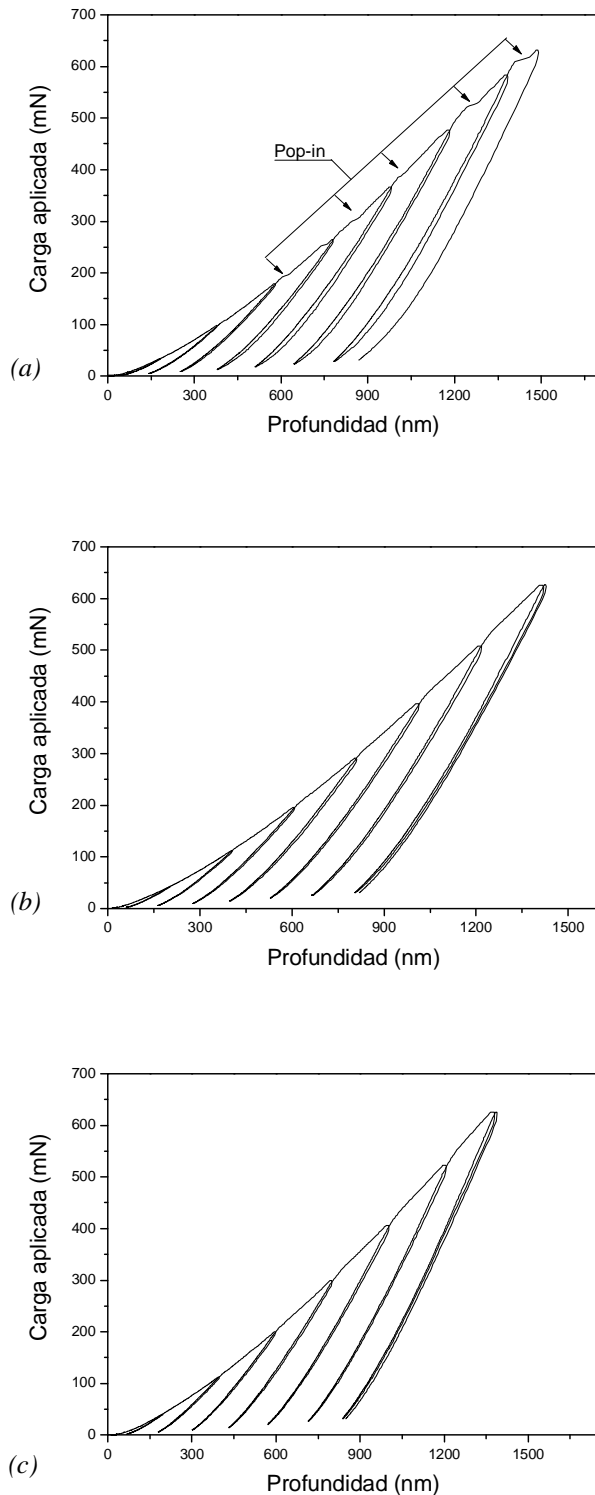


Figura 6. Curvas P-h obtenidas correspondientes a la aleación 1 (a), a la aleación 2 (b) y la aleación 3 (c).

Por otro lado, como era esperado, los resultados de la aleación 2 y 3 no muestran cambios en las curvas P-h, lo cual es indicativo de que no tiene lugar transformación de fase termoelástica. No se observan loops de histéresis entre las curvas de descarga y recarga (figuras 6b y 6c).

4. CONCLUSIONES

Del presente trabajo se extraen las siguientes conclusiones:

Se ha implementado un nuevo método de diseño de aleaciones de Ti libres de Ni y a partir de los resultados obtenidos se ha verificado la utilidad del método en la zona del mapa estudiada.

Los resultados muestran bajo modulo elástico en las tres nuevas aleaciones los cuales son menores que aquellos de las aleaciones comerciales utilizadas en implantología de transferencia de carga.

Los loops de histéresis y eventos pop-in presentes en las curvas P-h junto con las imágenes observadas por TEM identifican la transformación martensítica termoelástica inducida bajo la punta del indentador esférico en la aleación número 1.

Cabe destacar el valor más bajo de módulo de elasticidad correspondiente a la aleación número 1 con 74 GPa, aleación que además presenta transformación martensítica termoelástica observada por TEM y por nanoindentación esférica.

Los resultados deben ser optimizados por tratamientos termomecánicos y hacen de dicha aleación una prometedora candidata para ser utilizada en aplicaciones biomédicas de transferencia de carga. Aprovechando además del bajo módulo elástico, las buenas propiedades de resistencia al desgaste y absorción de vibraciones características de las aleaciones con memoria de forma.

REFERENCIAS

- [1] T.W. Duering, A.R. Pelton. Ti-Ni Shape Memory Alloys. In: R. Boyer, G. Welsch, E.W. Collings, editors. *Materials Properties Handbook Titanium Alloys*, ASM International, (1994), p.1035.
- [2] .W. Duering, K.N. Melton, C.M. Wayman. Engineering aspects of shape memory alloys. Ed. Butterworth-Heinemann Ltd., (1990) .p.3
- [3] Shape Memory Materials, Edited by K. Otsuka and C. M. Wayman , University of Illinois, Urbana-Champaign
- [4] G. Rondelli Corrosion resistance tests on NiTi shape memory alloy. *Biomaterials*, Volume 17, Issue 20, (1996), p. 2003-2008
- [5] C. D. J. Barras and K. A. Myers. Nitinol – Its Use in Vascular Surgery and Other Applications.

European Journal of Vascular and Endovascular Surgery, Volume 19, Issue 6, (2000), Pages 564-569

[6] G. C. McKay, R. Macnair, C. MacDonald and M. H. Grant. Interactions of orthopaedic metals with an immortalized rat osteoblast cell line *Biomaterials, Volume 17, Issue 13, (1996), Pages 1339-1344*

[7] H. Kerosuo, A. Kullaa, E. Kerosuo, L. Kanerva and A. Hensten-Pettersen. Nickel allergy in adolescents in relation to orthodontic treatment and piercing of ears. *American Journal of Orthodontics and Dentofacial Orthopedics, Volume 109, Issue 2, (1996), Pages 148-154*

[8] A. Michiardi, C. Aparicio, J.A. Planell and F.J. Gil. Electrochemical behaviour of oxidized NiTi shape memory alloys for biomedical applications *Surface and Coatings Technology, Volume 201, Issue 14, (2007), Pages 6484-6488*

[9] M- Niinomi. Recent research and development in titanium alloys for biomedical applications and healthcare goods. *Science and Technology of Advanced Materials, Volume 4, Issue 5, (2003), Pages 445-454*

[10] S. Miyazaki, H.Y. Kim and H. Hosoda. Development and characterization of Ni-free Ti-base shape memory and superelastic alloys *Materials Science and Engineering: A, Volumes 438-440, (2006), Pages 18-24*

[11] Y.L. Hao, S.J. Li, S.Y. Sun and R. Yang. Effect of Zr and Sn on Young's modulus and superelasticity of Ti-Nb-based alloys *Materials Science and Engineering: A, Volume 441, Issues 1-2, (2006), Pages 112-118*

[12] T. Furuhashi, S. Annaka, Y. Tomio and T. Maki. Superelasticity in Ti-10V-2Fe-3Al alloys with nitrogen addition, *Materials Science and Engineering: A, Volumes 438-440, (2006), Pages 825-829*

[13] J.I. Kim, H.Y. Kim, T. Inamura, H. Hosoda and S. Miyazaki. Shape memory characteristics of Ti-22Nb-(2-8)Zr(at.%) biomedical alloys *Materials Science and Engineering: A, Volume 403, Issues 1-2, (2005), Pages 334-339*

[14] M. Niinomi, *Metall. Mater. Trans. A* 33A (2002) 477-486.

[15] J.-Y. Rho, T. Y. Tsui and G. M. Pharr Elastic properties of human cortical and trabecular lamellar bone measured by nanoindentation *Biomaterials, Volume 18, Issue 20, (1997), Pages 1325-1330*

[16] M. Morinaga, M. Yoshinori, Y. Hisoshi, *Mater. Sci. For.*, 449, (2004), 37-42.

[17] M. Morinaga, M. Kato, T. Kamimura, M. Fukumoto, I. Harada, K. Kubo. In: *Sixth World Conference on Titanium. Francia, vol. 1, 1988, pp. 1601.*

[18] M. Morinaga, N. Yukawa. In: *Computer Aided Innovation of New Materials. Japon, (1991), p. 803.*

[19] M. Arciniegas, J.M. Manero, J. Peña, M. González, J.C. Paniagua (en impresión). Study of new Ni-free Ti alloys for applications in the implant field, *International Conference on Shape Memory and Superelastic Technologies, Tsukuba (2007)*

[20] P.J. Hay, W.R. Wadt. *J. Chem. Phys.* 82, (1985), 270.

[21] E.W. Collings, in: Rodney Boyer, E.W. Gerhard Welsch, Collings, William Scott, editors. *Materials Properties Handbook-Titanium Alloys, ASM International, Materials Park, OH, USA, (1998), 5-11.*

[22] A.C. Fischer-Cripps. Nanoindentation. 2nd ed. Springer, New Cork, (2004).

[23] G. M. Pharr. Measurement of mechanical properties by ultra-low load indentation *Materials Science and Engineering A, Volume 253, Issues 1-2, (1998), Pages 151-159*

[24] Y.L. Hao, M. Niinomi, D. Kuroda, K. Fukunaga, Y.L. Zhou, R. Yang, A. Suzuki. Young's modulus and mechanical properties of Ti-29Nb-13Ta-4.6Zr in relation to α'' martensite. *Metallurgical and Materials Transactions, (2002), Page 3137.*

[25] S. Bhagavat and I. Kao. Nanoindentation of lithium niobate: hardness anisotropy and pop-in phenomenon. *Materials Science and Engineering A, Volume 393, Issues 1-2, (2005), Pages 327-331*

ESTUDIO DE LA INFLUENCIA DEL TRABAJO EN FRÍO EN LA ALEACIÓN Ti-21.6Hf-23.7Nb MEDIANTE NANOINDENTACIÓN INSTRUMENTADA

M. González^{1,2}, M.Arciniegas¹, J.Peña^{1,2}, J.M. Manero¹, F.J. Gil¹

¹ Departamento de Ciencia de los Materiales e Ingeniería Metalúrgica. Universidad Politécnica de Cataluña. Av. Diagonal 647, 08028. Barcelona

² Departamento de Materiales y Diseño. Escola Superior en Disseny ELISAVA.
C/Ample 11-13, 08002. Barcelona.
E-mail: Marta.Gonzalez.Colominas@upc.edu

RESUMEN

El presente trabajo tiene como objetivo caracterizar la influencia del trabajo en frío en la transformación martensítica termoelástica y el módulo elástico de la aleación libre de Ni Ti-21.6Hf-23.7Nb y de esta forma, determinar la condición que más favorezca las propiedades de memoria de forma y/o bajo módulo elástico deseadas.

Se laminaron muestras de esta aleación, luego de ser homogeneizada y templada, con porcentajes de trabajo en frío de 5, 10, 20, 40, 75 y 85% y finalmente, se caracterizaron microestructural y mecánicamente. La respuesta elástica para cada condición, así como los porcentajes de reversibilidad y su variación con el incremento de carga, fueron evaluados mediante nanoindentación instrumentada, ejecutando ensayos monotónicos y cíclicos, con punta Berkovich y esférica, respectivamente.

Las imágenes de microscopía óptica y TEM muestran una mayor proporción de martensita en el material laminado a bajos porcentajes de trabajo en frío que en el material sin laminar. Este hecho fue confirmado por difracción de rayos X, donde se detectó la presencia de fase α'' en las muestras laminadas. Además, los resultados de nanoindentación cíclica muestran un aumento de los porcentajes de reversibilidad hasta el 85% de trabajo en frío.

ABSTRACT

The objective of the present work is the characterisation of the influence of cold work on the thermoelastic martensitic transformation and elastic modulus of the Ni-free Ti-21.6Hf-23.7Nb alloy to determine the condition which promotes the desired shape memory properties and/or low elastic modulus.

After homogenization and quenching, the samples were cold rolled at 5, 10, 20, 40, 75 and 85% and finally, microstructurally and mechanically characterised. The elastic response for each condition and also the reversibility percentages and its variation upon increasing load, were evaluated by instrumented nanoindentation, through monotonic tests by using a Berkovich tip and cyclic tests by employing a spherical tip.

A higher proportion of martensite was found in the low cold work percentages compared to the untreated material. This outcome was observed by optical and TEM microscopy and confirmed by X-ray diffraction, were a higher presence of α'' phase was detected in the cold rolled samples. Moreover, cyclic nanoindentation results revealed an increase of the reversibility percentages upon the 85% of cold work.

PALABRAS CLAVE: Nanoindentación, efecto memoria de forma, aleaciones de Ti libres de Ni.

1. INTRODUCCIÓN

Las aleaciones con memoria de forma tienen propiedades como resistencia al desgaste, alta capacidad de amortiguamiento y bajo módulo elástico las cuales las convierten en prometedoras candidatas para ser utilizadas en aplicaciones biomédicas de implantología de transferencia de carga [1].

Las aleaciones NiTi son las únicas aleaciones con memoria de forma que se han utilizado como materiales implantables en el cuerpo humano. Sin embargo, recientes estudios muestran que la liberación de iones Ni al tejido del entorno causa reacciones adversas generando diferentes tipos de alergia. Por ello, la búsqueda de nuevas aleaciones de Ti libres de Ni con memoria de

forma está llamando la atención, centrándose en las aleaciones de Ti tipo β , con bajo módulo elástico, para evitar los problemas de apantallamiento de cargas y favorecer de este modo la regeneración ósea [2, 3]. Las aleaciones de Ti tipo β poseen además una elevada ductilidad, la cual les confiere una excelente trabajabilidad en frío, mediante la cual pueden modificarse el módulo de elasticidad y la resistencia mecánica, a través de cambios microestructurales [2].

Debido a la afinidad por los elementos intersticiales de este tipo de aleaciones deben ser fabricadas en hornos de vacío, por lo que el incremento en el coste limita la cantidad de material producido.

Dicha limitación justifica la elección de la técnica de nanoindentación para la caracterización mecánica, la cual permite medir propiedades como el módulo de elasticidad y la dureza en materiales de pequeñas dimensiones [4]. Los indentadores piramidales, siendo el Berkovich el más empleado, se utilizan generalmente para medir el módulo de elasticidad y la dureza de los materiales, debido a que producen deformación plástica a muy bajas profundidades de penetración. Los indentadores esféricos, sin embargo, provocan una transición gradual desde el contacto elástico a la respuesta elasto-plástica [4, 5], lo cual permite estudiar las discontinuidades existentes en las curvas P-h, tales como pop-in, pop-out, elbow, así como los loops de histéresis presentes entre las curvas de carga y recarga, fenómenos asociados a la transformación de fase bajo el indentador [6, 7].

El presente trabajo tiene como objetivo caracterizar la influencia del trabajo en frío en la transformación martensítica termoelástica y el módulo elástico de la aleación libre de Ni Ti-21.6Hf-23.7Nb y de esta forma, determinar la condición que más favorezca las propiedades de memoria de forma y/o bajo módulo elástico deseadas. Para ello se ha realizado la caracterización microestructural y mecánica, centrándose el trabajo en el estudio de la respuesta elástica del material así como en los porcentajes de reversibilidad y su variación con el incremento de carga mediante nanoindentación instrumentada.

2. MATERIALES Y MÉTODOS

Para la determinación de la composición química de la nueva aleación se utilizó un método teórico basado en la teoría de orbitales moleculares [8]. En este estudio se ha seleccionado una pareja (\overline{Md} , \overline{Bo}) dentro de la región de fase β , en la frontera entre las aleaciones con memoria de forma y las de bajo módulo elástico, que ha dado como resultado la composición (en wt%) Ti-21.6Hf-23.7Nb.

Para su preparación se ha partido de trozos de Ti, Hf y Nb puros 99.9% que han sido fundidos en un horno de arco eléctrico, hasta formar un botón de 40g. Este botón ha sido refundido 3 veces con el propósito de favorecer la

homogenización y evitar la segregación de elementos pesados. Posteriormente, el botón ha sido encapsulado en vidrio de cuarzo al vacío y se ha sometido a un tratamiento de solución a 1100 °C durante 1.5 horas seguido de un temple en una mezcla de agua/etanol a 0 °C. La composición química ha sido verificada mediante fluorescencia de rayos X utilizando un equipo Fischerscope-sistema HDL. Muestras de 2mm de espesor han sido laminadas con porcentajes de reducción del espesor de 5, 10, 20, 40, 75 y 85%. La microestructura tanto del material sin laminar como laminado ha sido estudiada mediante microscopía óptica utilizando reactivo Keller (2 mL HF, 3 mL HCl, 5 mL HNO₃ y 190 mL H₂O destilada) y mediante TEM, utilizando la solución electrolítica (400 mL butoxietanol, 400 mL metanol y 100 mL ácido perclórico).

Los ensayos de nanoindentación instrumentada han sido realizados con un equipo MTS Nano Indenter XP con CSM (Continuous Stiffness Measurement) en muestras pulidas mecánicamente ($R_a < 100$ nm). El módulo elástico se ha determinado mediante ensayos monotónicos a 2000 nm de profundidad con punta Berkovich con una curvatura de 750 nm. Además de las condiciones de estudio también se han estudiado materiales laminados un 90 y 95%. Los ensayos cíclicos se han realizado hasta una profundidad de 2000 nm, con 7 ciclos de carga-descarga, con una punta esférica de 25 μ m de radio. A partir de este estudio se ha cuantificado el comportamiento del material para el 1er y 7º ciclo de carga-descarga, siendo los datos analizados utilizando el método de Oliver & Pharr [4, 9]. Para cada condición de ensayo se han realizado 9 pruebas por muestra.

Para determinar el porcentaje de recuperación total, η_w , se ha empleado la siguiente ecuación (1)

$$\eta_w = \frac{W_{recup}}{W_{total}} \cdot 100 = \frac{\int_{h_3}^{h_4} P \cdot dh}{\int_{h_1}^{h_2} P \cdot dh} \cdot 100 \quad (1)$$

que relaciona el trabajo necesario para realizar la indentación (activación de los mecanismos de deformación), W_{total} ($W_2 - W_1$), con el trabajo total de recuperación realizado al eliminar la carga aplicada, W_{recup} ($W_4 - W_3$), tal y como se indica en la figura 1 [7].

Los valores W de la figura representan los puntos carga-desplazamiento donde es evaluado cada uno de los trabajos. Dichos puntos varían ciclo a ciclo, siendo W_1 en el primer ciclo igual a cero, ya que no hay carga aplicada, y siendo el valor de W_1 del segundo ciclo igual al valor de W_3 del primer ciclo. El valor W_3 corresponde a una descarga hasta el 95% de la carga máxima de cada ciclo, para evitar desplazamientos laterales del indentador y asegurar la misma zona afectada por la indentación.

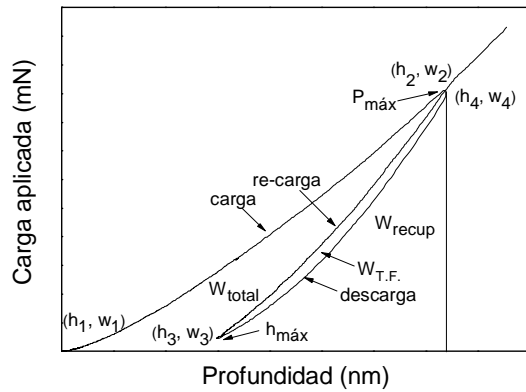


Figura 1. Modelo de curva carga-profundidad de un ensayo de nanoindentación.

El trabajo de descarga calculado representa la suma de los fenómenos de elasticidad y transformación de fase. Por tanto, para evaluar la recuperación producida por la transformación de fase, $\eta_{T.F.}$, se ha calculado la energía del *loop* de histéresis entre la curva de descarga y la de recarga, relacionándola con el trabajo de recuperación total (figura 1) a partir de la ecuación (2):

$$\eta_{T.F.} = \frac{W_{loop}}{W_{recup}} \cdot 100 = \frac{W_4 - W_2}{W_4 - W_3} \cdot 100$$

(2)

3. RESULTADOS Y DISCUSIÓN

Los resultados de microscopía óptica muestran en las condiciones de trabajo en frío de hasta el 40% una mayor proporción de placas de martensita que en la condición original (figura 2). Esta mayor cantidad fue notablemente visible en la condición de 5% de trabajo en frío (figura 2.b). Esto es debido a la formación de placas de martensita inducidas por tensión. A partir del 10% de trabajo en frío se llega a una estabilización de estas placas comenzando un proceso de retransformación que acaba con la recrystalización del material a partir del 40% de trabajo en frío. A partir del 75% de trabajo en frío es difícil revelar la microestructura mediante microscopía óptica. Este hecho es debido a la recrystalización del material y formación de una estructura nanocrystalina reportada recientemente en aleaciones metaestables con porcentajes de trabajo en frío superiores al 50% [3] y como se verá en la figura 4.

Los patrones de difracción de rayos X (ver figura 3) corroboran lo observado mediante microscopía óptica y muestran cómo el proceso de trabajo en frío genera martensita inducida por tensión y ésta se estabiliza a partir del 10% de trabajo en frío.

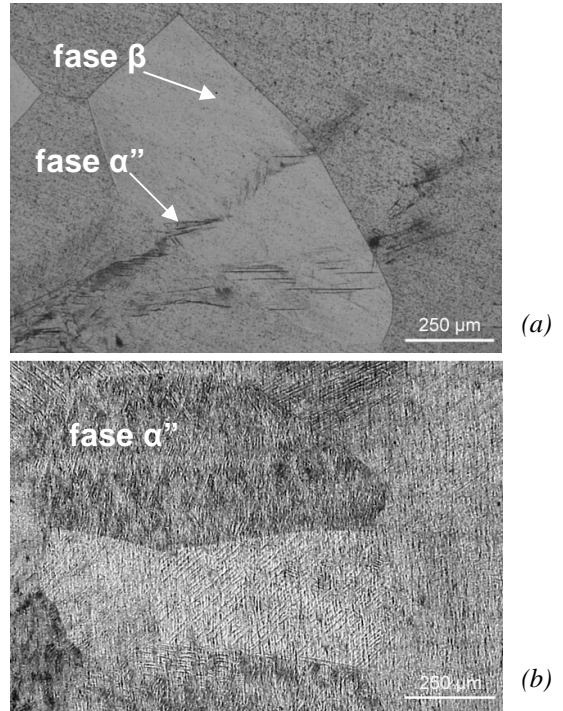


Figura 2. Imágenes de microscopía óptica de la aleación original (a), 5 % C.W. (b).

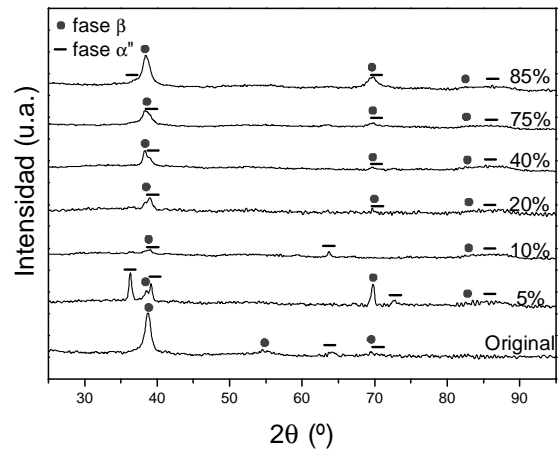


Figura 3. Patrones de difracción de la aleación en las diferentes condiciones de estudio.

En la figura 4.a. se observa una imagen de campo claro obtenida por TEM, correspondiente al material trabajado un 75%, donde se aprecia una microestructura con una gran deformación plástica en la que se intuye la presencia de pequeños granos cristalinos. Para corroborar estos resultados se realizó difracción de electrones y se observó un patrón en forma de anillos concéntricos (figura 4.b.) que confirma la presencia de una gran cantidad de granos cristalinos [3]. La indexación del diagrama concuerda con los parámetros reticulares de la fase β , siendo indicativo de que ha habido una recrystalización desde la fase martensita inducida por tensión a la fase β , originaria del material.

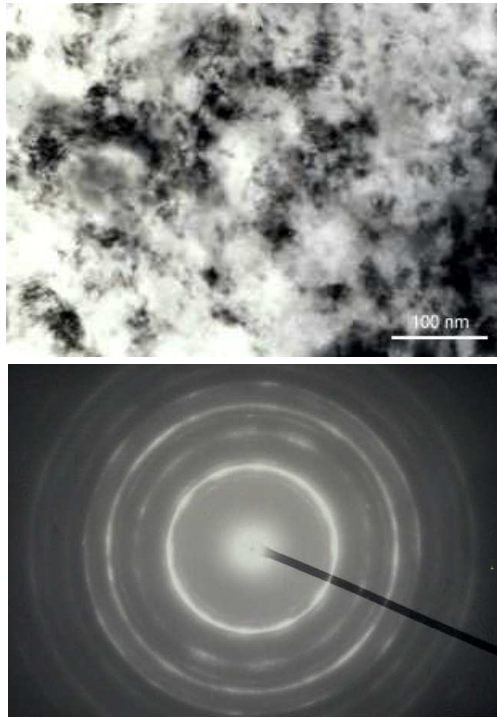


Figura 4. (a) Imagen de TEM correspondiente a la aleación trabajada un 75 %. (b) Patrón de difracción de electrones correspondiente a la aleación anterior.

Los resultados de nanoindentación monotónica evidencian una notable variación del módulo elástico en función del trabajo en frío, con 65.5 GPa para la aleación laminada a un 85%, frente a los 74 GPa de la aleación sin laminar. La mayor disminución del módulo tiene lugar en el material trabajado un 90 y 95%, con 63 y 48 GPa, respectivamente (figura 5). La reproducibilidad de los ensayos en el material trabajado a partir del 85% se ve afectada por la gran diferencia de módulo existente entre las fases β y α'' . Así mismo, una significativa reducción en los valores de dureza, a partir del 75% de trabajo en frío, confirma la recrystalización del material y formación de una estructura nanocristalina confiriendo al material bajo módulo y elevada resistencia mecánica.

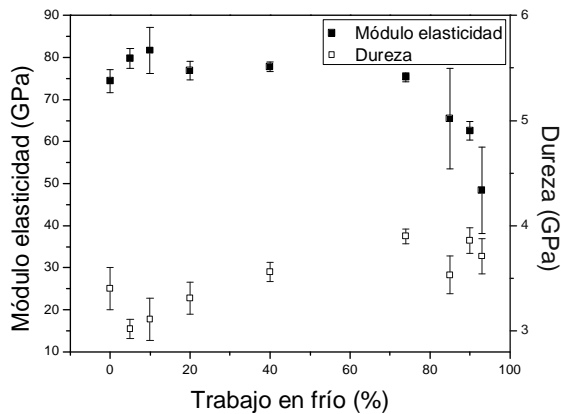


Figura 5. Módulo de elasticidad en función del porcentaje de trabajo en frío.

Además, en el caso de las muestras trabajadas a porcentajes superiores al 85% se observó una considerable disminución del módulo elástico con aumentos de la profundidad de indentación (figura 6). Este hecho es atribuido a una reorientación y retransformación de las placas martensíticas bajo la punta del indentador [11, 12, 13].

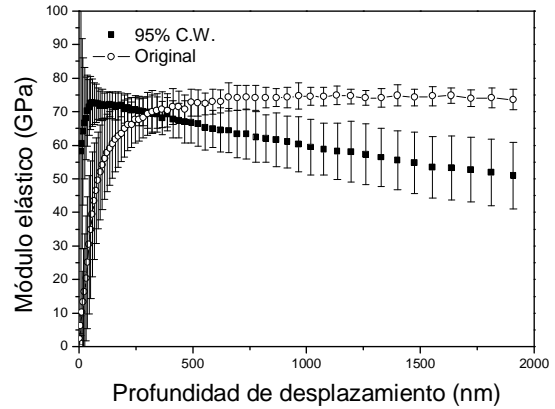


Figura 6. Curva del módulo elástico en función de la profundidad para el material original y 95% C.W.

Por su parte, en las curvas $P-h$ obtenidas de los ensayos de indentación cíclica se observan, para algunos casos, cambios o discontinuidades en la porción de carga, tal como en la curva obtenida en la aleación sin laminar, mostrada en la figura 7.a. Estos cambios, reportados como pop-in se evidencian por el aumento de la carga aplicada sin el consiguiente aumento de la presión de contacto como mecanismo para acomodar la deformación producida. Además, en todas las condiciones estudiadas se observó un loop de histéresis entre la descarga y la recarga (ver figura 7.b y 7.c.) similares a los observados por C.Frick et al. [6] en TiNi con memoria de forma a más bajas profundidades de indentación. Ambos eventos son reportados como indicativos de la existencia de una transformación de fase en la zona indentada.

La figura 8 muestra los valores de η_w en función del área de contacto calculados para el 1^{er} y 7^o ciclo de carga correspondientes a los ensayos de nanoindentación con punta esférica. Los resultados confirman que un mayor trabajo de recuperación total tiene lugar en el material laminado que en el original. Se alcanzan los máximos valores de η_w tanto en el 1^{er} como en el 7^o ciclo en las condiciones de más alto % de trabajo en frío. Cabe destacar la pérdida de reversibilidad al aumentar el número de ciclos que tiene lugar en el material laminado, debida al anclaje y estabilización de placas de martensita que tiene lugar en la zona indentada.

En la figura 9 se resumen los valores de la recuperación debida a la transformación de fase, $\eta_{T.F.}$, obtenidos para cada condición estudiada en función del área de contacto.

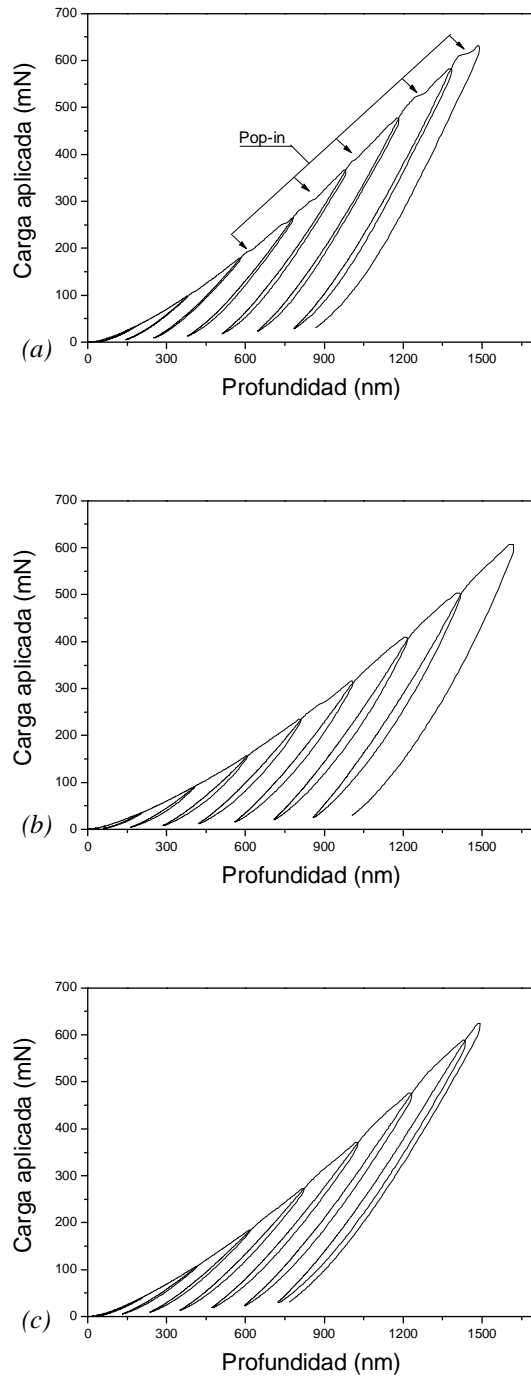


Figura 7. Curvas P - h obtenidas mediante ensayos de nanoindentación cíclica con punta esférica en la aleación original (a), 5% C.W. (b) y 85% C.W. (c).

En el cálculo del $\eta_{T.F.}$ se han corregido los efectos de la deriva térmica del equipo a partir de un material que no presenta transformación de fase en las condiciones del ensayo, en este caso Ti-6Al-4V. El incremento de $\eta_{T.F.}$ en todas las condiciones del material trabajado en frío respecto del material sin laminar es indicativo de que un

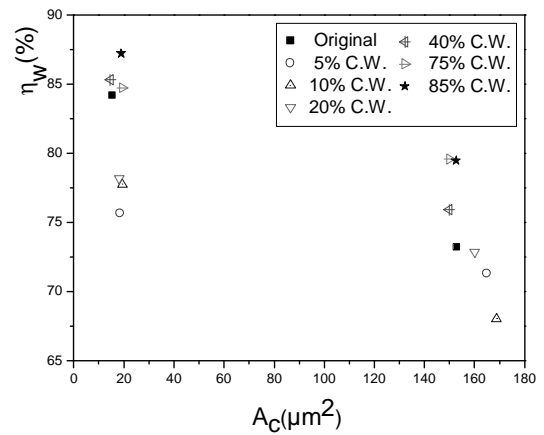


Figura 8. Índices de recuperación del trabajo en función del área de contacto correspondientes al 1er y 7º ciclo de indentación con punta esférica.

mayor volumen de material presenta transformación martensítica en la zona indentada. Se han alcanzado los máximos valores tanto en el 1º como en el 7º ciclo para las condiciones de bajos porcentajes de trabajo en frío. Cabe destacar el alto valor del $\eta_{T.F.}$ en la condición de 5% de trabajo en frío, resultado que coincide con la mayoritaria presencia de fase α'' observada por microscopía óptica y difracción de rayos X.

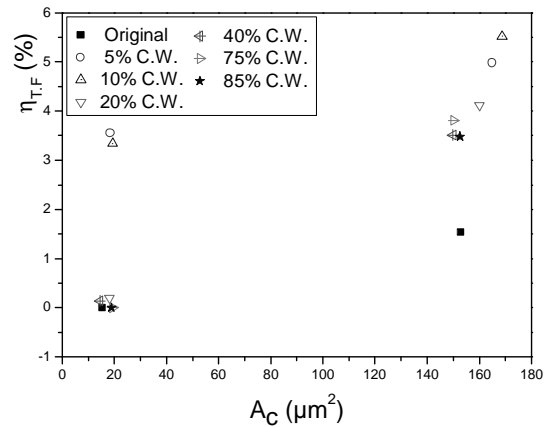


Figura 9. Índices de recuperación del trabajo debido a la transformación de fase en función del área de contacto.

4. CONCLUSIONES

Del presente trabajo se extraen las siguientes conclusiones:

Se ha estudiado la variación de la microestructura de la aleación Ti-21.6Hf-23.7Nb en función del porcentaje de trabajo en frío. Cabe destacar la mayoritaria presencia de fase α'' en el material trabajado un 5%.

A partir del 40% de trabajo en frío tiene lugar la recrystalización del material y formación de una estructura nanocrystalina, tal y como confirman los resultados de difracción de electrones observados por TEM y la disminución de la dureza obtenidos mediante nanoindentación con punta Berkovich.

Se ha estudiado la influencia del trabajo en frío en el módulo de elasticidad del material en las diferentes condiciones de trabajo en frío, alcanzándose el valor más bajo en el material trabajado un 95%, con 48 GPa, módulo cercano al del hueso cortical.

El cálculo de η_w ha permitido evaluar el trabajo de recuperación total para el 1^{er} y el 7^o ciclo, obteniéndose en ambos casos el valor máximo en el material con 85% de reducción de espesor, con valores de 87.2 y 79.5% respectivamente.

Finalmente, para evaluar la recuperación producida por la transformación de fase, η_{TF} , se ha calculado la energía del *loop* de histéresis entre la curva de descarga y la de recarga, relacionándola con el trabajo de recuperación total. Se han alcanzado los máximos valores para las condiciones de 5 y 10% de trabajo en frío.

Este trabajo evidencia la necesidad de continuar el estudio a mayores porcentajes de trabajo en frío y realizar la caracterización completa para dichas condiciones.

AGRADECIMIENTOS

Se agradece al Ministerio Español de Ciencia y Tecnología por el soporte financiero de esta investigación a través del proyecto MAT2005-07244-C03-01.

REFERENCIAS

- [1] W. Duering, K.N. Melton, C.M. Wayman. Engineering aspects of shape memory alloys. *Ed. Butterworth-Heinemann Ltd.*, (1990), Page.3
- [2] M- Niinomi. Recent research and development in titanium alloys for biomedical applications and healthcare goods. *Science and Technology of Advanced Materials*, Volume 4, Issue 5, (2003), Page 447
- [3] Y. Hao, S. Li, R. Yang. Titanium alloy with extra-low modulus and superelasticity and its producing method and processing thereof. *US 2007/0137742 A1*. (2007).
- [4] A.C. Fischer-Cripps. Nanoindentation. *2nd ed. Springer, New Cork*, (2004).
- [5] Wenyi Yan, Qingping Sun and Hong-Yuan Liu. Spherical indentation hardness of shape memory alloys. *Materials Science and Engineering: A, Volume 425, Issues 1-2*, (2006), Pages 278-285
- [6] Carl P. Frick, Travis W. Lang, Kevin Spark and Ken Gall. Stress-induced martensitic transformations and shape memory at nanometer scales. *Acta Materialia*, Volume 54, Issue 8, (2006), Pages 2223-2234
- [7] T. Juliano, Y. Gogotsi, V. Domnich, Effect of indentation unloading conditions on phase transformation induced events in silicon. *Materials Research Society*, (2003), Page 1193.
- [8] M.Arciniegas, J.M.Manero, J.Peña, M.González, J.C. Paniagua (en impresión). Study of new Ni-free Ti alloys for applications in the implant field, *International Conference on Shape Memory and Superelastic Technologies*, (2007)
- [9] G. M. Pharr. Measurement of mechanical properties by ultra-low load indentation. *Materials Science and Engineering A, Volume 253, Issues 1-2*, (1998), Pages 151-159
- [10] T. Dharma Raju, M. Kato and K. Nakasa. Backward deviation and depth recovery of load-displacement curves of amorphous SiC film under repeating nanoindentation. *Acta Materialia*, Volume 51, Issue 12, (2003), Pages 3585-3595
- [11] M.Arciniegas, J.Peña, J.M.Manero, F.J.Gil, J.A.Planell. Study of new multifunctional shape memory and low modulus Ni-free alloys. *J.Metal.Mater.Trans.A*. (aceptado para publicación). (2008)
- [12] Yongqing Fu, Weimin Huang, Hejun Du, Xu Huang, Junping Tan and Xiangyang Gao. Characterization of TiNi shape-memory alloy thin films for MEMS applications. *Surface and Coatings Technology*, Volume 145, Issues 1-3, 1 (2001), Page 110
- [13] S. Moyne, C. Poilane, K. Kitamura, S. Miyazaki, P. Delobelle and C. Lexcellent. Analysis of the thermomechanical behavior of Ti-Ni shape memory alloy thin films by bulging and nanoindentation procedures. *Materials Science and Engineering A, Volumes 273-275*, (1999), Pages 727-732
- [14] S. Bhagavat and I. Kao. Nanoindentation of lithium niobate: hardness anisotropy and pop-in phenomenon. *Materials Science and Engineering A, Volume 393, Issues 1-2*, (2005), Pages 327-331

COMPARACIÓN DE LA RESISTENCIA MECÁNICA Y DISIPACIÓN DE ENERGÍA DE LA SEDA DE SEGURIDAD Y DE LA SEDA VÍSCIDA DE ARAÑA

G.R. Plaza, A. Musa, J. Pérez-Rigueiro, A. Pons, G.B. Perea, M. Elices, 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.
E-mail: gplaza@mater.upm.es

RESUMEN

Las fibras de seda son materiales biológicos estructurales que presentan excelentes propiedades mecánicas. Las fibras de seda del hilo de seguridad producido por las arañas presentan unas propiedades mecánicas sólo superadas –en algunas propiedades– por las fibras sintéticas de altas prestaciones. Estas excelentes propiedades, y el hecho de que la biotecnología permite en la actualidad producir fibras bioinspiradas, fundamentan el interés de estudiar las propiedades de diferentes sedas, relacionando la composición y el comportamiento mecánico. El presente artículo aborda el estudio de las propiedades de los hilos de seda víscida, comparándolos con los hilos de seguridad. Al mismo tiempo se ha estudiado la relación entre las propiedades de los hilos de seda víscida y su situación en las telarañas, con el fin de analizar estas construcciones desde el punto de vista estructural. Los resultados muestran una enorme variabilidad de propiedades dentro de la telaraña, sin correlación con la situación. Además se ha encontrado una sorprendente similitud entre las propiedades mecánicas de ambos hilos.

ABSTRACT

Silk fibers are biological structural materials that display excellent mechanical properties. Dragline silk fibers produced by the spiders present mechanical properties only surpassed –in some properties– by synthetic high-performance fibers. These excellent properties, and the fact that Biotechnology allows at the present time to produce bioinspired fibers, thrust the interest to study the properties of different silks, relating composition and mechanical behavior. The present article undertakes the study of the properties of threads of viscid silk, comparing them with dragline threads. At the same time the relationship between the properties of threads of viscid silk and their situation in the spider webs has been studied, with the purpose of analyzing these constructions from the structural point of view. The results show an enormous variability of properties within the spiderweb, without correlation with the situation. In addition, a surprising similarity between the mechanical properties of both threads has been found.

PALABRAS CLAVE: fibras de seda, biomimética, seda víscida.

1. INTRODUCCIÓN

Las fibras de seda son materiales biológicos estructurales producidos por diferentes especies de artrópodos. Entre todas las fibras de seda, destaca por sus excelentes propiedades mecánicas el hilo de seguridad producido por las arañas. Éste último material recibe también el nombre de seda MA, por la glándula ampollácea mayor (*Major Ampullate*) que lo produce. Su atractivo hace que sus propiedades mecánicas hayan sido muy estudiadas [1] y ha llevado a diferentes grupos de investigación a desarrollar técnicas de ingeniería genética para producir fibras de composición similar [2].

Esta posibilidad de producir fibras bio-inspiradas mediante ingeniería genética, ha lanzado el trabajo de investigación de sedas diferentes intentando relacionar la composición y el comportamiento mecánico.

Dentro de este marco, el presente trabajo está dedicado a la caracterización de las fibras de seda víscida producida por las arañas y su comparación con el hilo de seguridad.

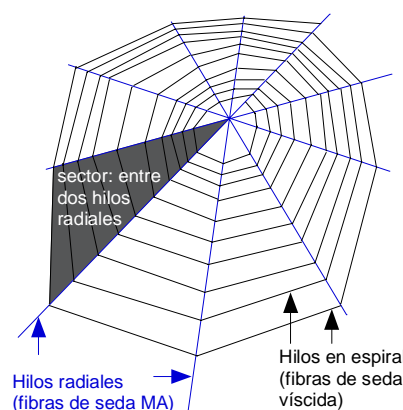


Fig. 1. Esquema de una telaraña orbicular como las empleadas en este trabajo.

Como se ilustra en la Fig. 1, Las arañas que construyen telarañas orbiculares, utilizan las fibras de seda MA para fabricar los elementos radiales de la tela. Los hilos adherentes con forma de espiral son fibras de seda víscida. Estos hilos tienen un comportamiento de tipo elastomérico [3], presentando deformaciones de hasta 3 o 4 veces su longitud inicial. El hilo víscido está compuesto de dos fibras internas, producidas por la glándula flageliforme y un recubrimiento viscoso y adhesivo producido en la glándula agregada [4].

Este recubrimiento sirve para retener por adherencia las presas que llegan a la tela. Se ha considerado que el recubrimiento sirve también para mantener a las fibras internas en un ambiente de elevada humedad [3].

Los escasos trabajos previos publicados [3-7] se han dedicado a la caracterización mecánica del hilo víscido completo: fibras internas más recubrimiento. En este trabajo se ha investigado primeramente este comportamiento, analizando la repetitividad de los resultados y las propiedades del hilo en función de su situación en la telaraña, con el objetivo de que estos datos permitan analizar las telarañas desde el punto de vista estructural.

Sin embargo, resulta considerablemente importante el estudio de las propiedades de las fibras internas del hilo, sin la influencia del recubrimiento, de modo que pueda relacionarse adecuadamente su composición con su comportamiento y pueda compararse con otras fibras de seda.

Así pues, para estudiar de forma aislada las fibras internas del hilo víscido, es necesario eliminar el recubrimiento adherente que las envuelve. En un trabajo previo [7] los autores mostraron que el recubrimiento puede ser parcialmente eliminado por simple inmersión del hilo en agua destilada. En este trabajo se muestran los resultados obtenidos con diferentes procesos de limpieza, y se muestran los primeros resultados de los ensayos mecánicos con fibras sin recubrimiento.

2. PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL

2.1. Material

En este trabajo se han empleado tres telas diferentes construidas por sendos ejemplares de araña *Argiope trifasciata*. De ellas, una se ha utilizado para determinar el comportamiento en tracción de los hilos en función de su situación en la tela. Las otras dos se han empleado para extraer hilos víscidos en los que se ha eliminado el recubrimiento adherente.

La situación de cada hilo de seda víscida en la tela se ha identificado mediante el siguiente método: en primer lugar, se han numerado con números romanos los sectores de la tela (ver figura 1), y la posición del hilo dentro del sector se ha identificando numerando los hilos en orden creciente desde el exterior hacia el centro de la tela.

Las muestras para los ensayos han sido segmentos de hilo de aproximadamente 20mm de longitud, que se fijaron sobre bastidores de papel de aluminio según el procedimiento habitual [8] manteniendo su deformación inicial. La fijación se realizó inicialmente con cinta adhesiva y posteriormente se añadió pegamento Loctite SG-3.

2.2. Limpieza de los hilos mediante centrifugado

El centrifugado de los hilos para eliminar su recubrimiento se ha realizado en centrifugadoras Sorvall, a las velocidades indicadas en el apartado de resultados.

2.3. Ensayos de tracción mecánica

Los ensayos mecánicos se han llevado a cabo con un dispositivo que permite controlar las condiciones ambientales de ensayo mediante una cámara climática Dycometal CCK-25/300 y en el que la deformación de la probeta se impone con un actuador hidráulico Instron 3309-622/8501. Una descripción detallada puede verse en la referencia [9].

La observación de las fibras se realizó en un microscopio electrónico de barrido JEOL 6300 (condiciones de observación 10kV y $6 \cdot 10^{-11}$ A). Se ha comprobado que los hilos víscidos pueden observarse fácilmente sin ningún tratamiento adicional, pues su recubrimiento adherente parece ser conductor, posiblemente por la humedad absorbida, pero los hilos en los que se ha eliminado el recubrimiento adherente, que no son conductores, han sido recubiertos con una capa de Au-Pd.

3. RESULTADOS Y DISCUSIÓN

3.1. Comportamiento mecánico del hilo víscido

Dentro de una misma telaraña, el hilo víscido presenta una enorme variabilidad de propiedades mecánicas [7]. Para analizar si existe una correlación entre propiedades mecánicas y disposición del material en la telaraña, se ha realizado un estudio sistemático de las propiedades de los hilos víscidos de una misma tela.

En primer lugar, se ha analizado el comportamiento de los hilos situados dentro de un sector entre dos hilos radiales de la telaraña. La figura 2 muestra las curvas de tracción obtenidas para los 12 hilos recuperados de un sector. Puede verse que la variabilidad de propiedades es muy grande.

En la tela estudiada, se han analizado cinco sectores, midiendo las propiedades de entre 5 y 12 hilos de cada sector. En la figura 3 se representan los rangos de las curvas de tracción simple obtenidos en cada caso. Puede verse que las curvas de unos y otros sectores se solapan,

sin que se aprecie ninguna relación con la situación relativa de los sectores.

En cuatro de los cinco sectores la tendencia observada es que los hilos son tanto más flexibles cuanto más cerca están del centro de la tela, como se ve en la figura 2. En el otro sector (II), sin embargo, no se observa tendencia alguna, si bien es el sector del que se han ensayado menos hilos.

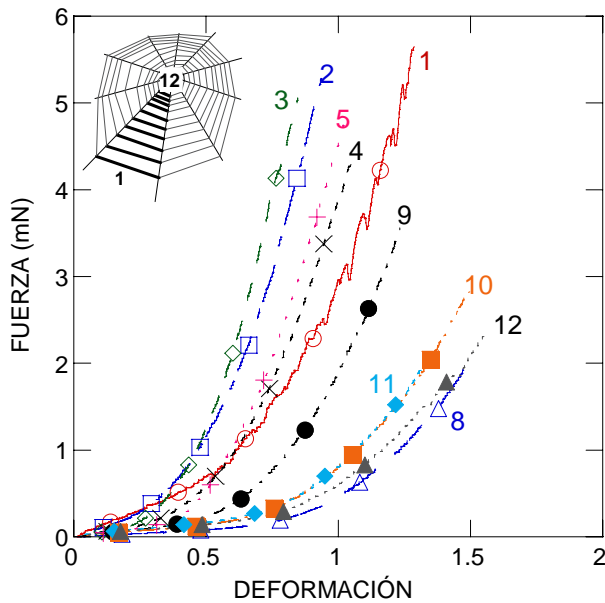


Fig. 2. Curvas de tracción simple para hilos de seda víscida situados entre dos hilos radiales consecutivos (sector -V). El número junto a cada curva indica su posición como se muestra en el esquema.

Para profundizar en el estudio del comportamiento mecánico de los hilos de seda víscida se hace necesario identificar una metodología para obtener muestras con propiedades repetitivas, esto es, obtener varias muestras de material homogéneo que puedan ensayarse en condiciones diferentes. Ya se ha visto que los hilos de un mismo sector no cumplen con este requisito. En segundo lugar, tampoco los hilos víscidos contiguos separados por un hilo radial presentan curvas de tracción simple iguales, como se ilustra en la figura 4 para tres hilos. Este hecho se ha comprobado en 10 parejas de hilos contiguos.

Sin embargo, se ha encontrado que las muestras adyacentes de un mismo hilo víscido sí presentan curvas de tracción simple semejantes, como puede verse en dos casos en la Fig. 5. En este caso se analizaron 8 parejas de muestras adyacentes. Este resultado es de gran utilidad, y en el futuro podrán emplearse muestras adyacentes para estudiar el efecto de diferentes factores en el comportamiento de este material.

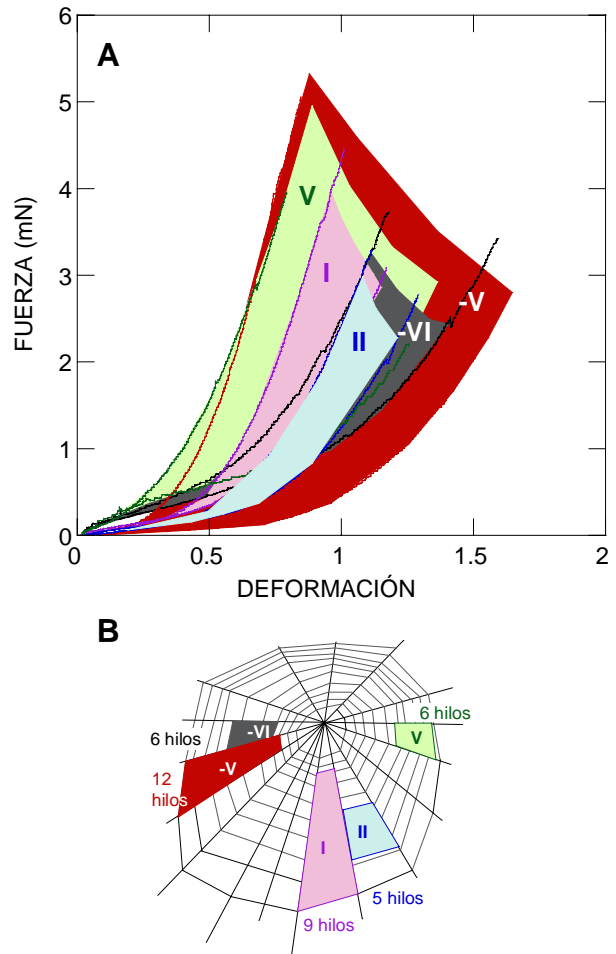


Fig. 3. A) Rangos de propiedades mecánicas en tracción simple para los hilos de 5 sectores. B) Esquema de situación de los hilos estudiados (se indica el número de hilos ensayados en cada sector).

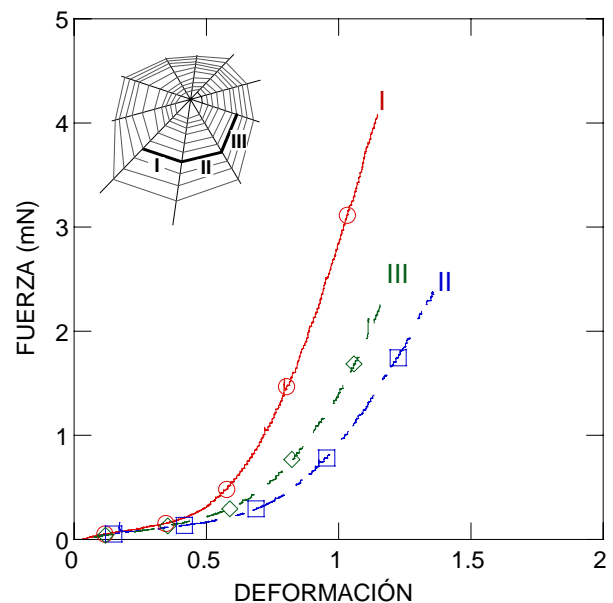


Fig. 4. Curvas de tracción simple para tres hilos de seda víscida contiguos, separados por hilos radiales (hilos de los sectores I, II y III).

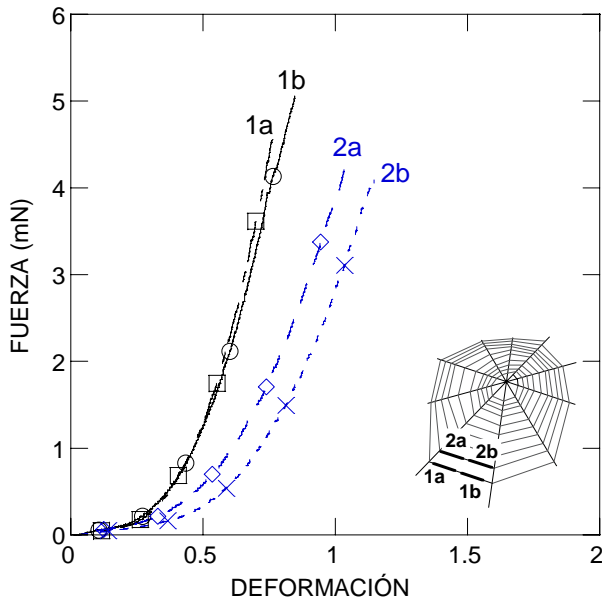


Fig. 5. Curvas de tracción simple para dos parejas de hilos de seda víscida adyacentes (sector -V).

3.2. Eliminación del recubrimiento adherente

Para eliminar el recubrimiento de las fibras de seda víscida, se han probado diferentes métodos. Primeramente, se ha probado a sumergir las fibras en agua destilada o en solución acuosa de Na_2CO_3 al 0.5% en peso. Esta última se utiliza para eliminar el recubrimiento de la seda de gusano de seda. En ambos casos se han probado diferentes tiempos y temperaturas entre 25°C y 90°C.

En la figura 6 se muestran imágenes correspondientes a las zonas más limpias que se obtienen con estos procesos de inmersión. Se ha comprobado que con agua destilada la limpieza no es suficiente como para descubrir las dos fibras internas. En solución acuosa de Na_2CO_3 se consigue una limpieza homogénea, viéndose las dos fibras internas, para temperaturas de al menos 70°C y un tiempo de 20 minutos. Sin embargo este procedimiento tiene como pega importante que se producen grandes cantidades de rotura de las muestras durante la limpieza (~80%). Ello supone que el proceso daña las fibras.

También se ha probado como procedimiento para eliminar el recubrimiento la centrifugación de las fibras a elevada velocidad. En la figura 6F puede verse que mediante este proceso, a partir de 6000rpm y 1h se obtienen hilos en los que aparentemente sólo quedan las dos fibras internas. También en este caso se obtienen muestras homogénamente limpias con la ventaja de que el número de muestras rotas durante la limpieza es muy bajo (~20%).

Por lo tanto, se ha decidido emplear como proceso de limpieza el centrifugado de los hilos en las condiciones óptimas de 6000rpm y 1h.

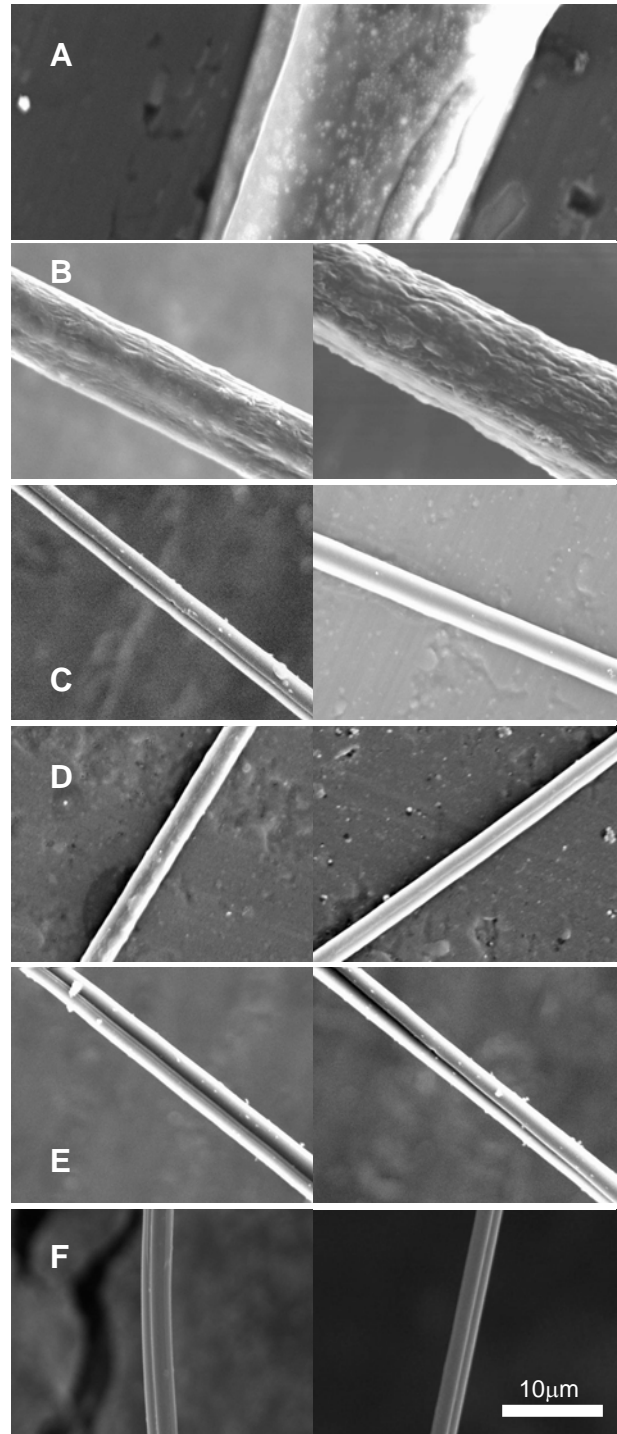


Fig. 6. Eliminación del recubrimiento de hilos víscidos. A) hilo original, B) agua a 25°C durante 48h, C) agua a 70°C durante 20 minutos, D) solución de Na_2CO_3 0.5%w a 25°C durante 20 minutos, E) solución de Na_2CO_3 0.5%w a 70°C durante 20 minutos, F) centrifugado en atmósfera saturada de humedad a 6000rpm. Referencia de tamaño válida para todas las imágenes.

3.3. Comportamiento mecánico de las fibras internas del hilo víscido

Se han ensayado a tracción muestras de hilos víscidos sin recubrimiento para poder comparar sus propiedades con las fibras de seda MA. Los trabajos anteriores

indicaban que el recubrimiento adherente mantiene a las fibras en un entorno de elevada humedad si bien apenas contribuye a su comportamiento mecánico [3,7].

Cuando las fibras de seda MA se introducen en agua sufren el fenómeno de supercontracción [10,11]: al pasar a estado elastomérico las cadenas proteínicas adquieren una gran movilidad y se deforman hasta el estado de equilibrio que es el de máximo ovillamiento de las cadenas, y la longitud de las fibras queda reducida hasta un 40% de la longitud inicial aproximadamente.

Para realizar los ensayos con los hilos de seda víscida sin recubrimiento, las muestras se introdujeron primeramente en agua, permitiéndoles supercontraerse libremente. Después, de cada hilo limpio se extrajo una muestra para ser ensayada a tracción simple y otra para medir su diámetro.

Los ensayos de tracción simple se han realizado en condiciones nominales de 20°C y humedad relativa del 35%. En los ensayos se ha pretendido estudiar simultáneamente las curvas de tracción simple de los hilos y además se ha estudiado si, una vez deformado el hilo, este recupera la longitud de supercontracción sumergiéndolo de nuevo en agua. Para ello se han realizado repetidas etapas de deformación del hilo hasta el 100%, seguida cada una de ellas de supercontracción en agua.

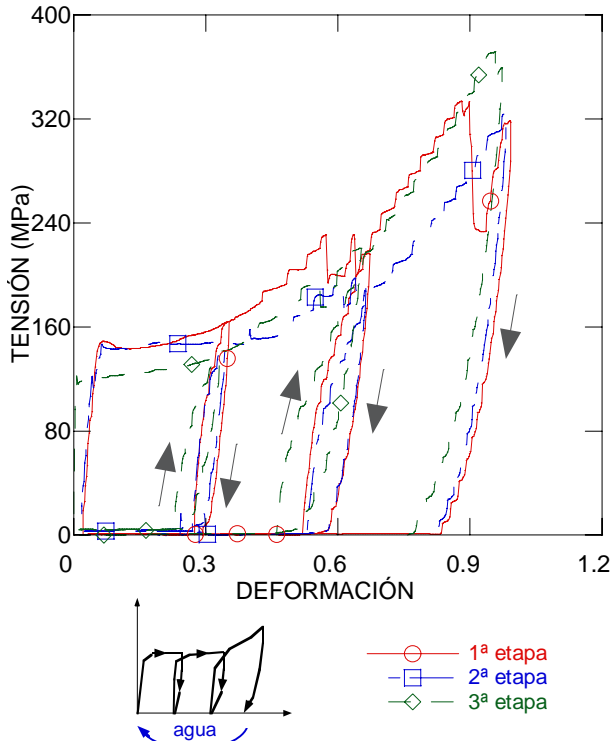


Fig. 7. Ensayo de tracción simple con una muestra de hilo víscido en la que se ha eliminado el recubrimiento (20°C y HR 35%): en cada etapa se realizan tres ciclos de carga y descarga y después se supercontrae el hilo por inmersión en agua destilada. Abajo, esquema explicativo.

En la figura 7 pueden observarse las curvas de tracción de una muestra, correspondientes a tres etapas sucesivas de deformación, con tres ciclos de carga y descarga. Puede verse que la supercontracción después de cada etapa lleva el hilo a su longitud supercontraída, de modo que el proceso es reversible. Se ha obtenido este resultado repitiendo todo el proceso con cinco muestras. De esta forma, el estado de supercontracción sería un estado base recuperable, de forma análoga a la seda MA [12].

3.3. Comparación entre hilo víscido y seda MA

En la figura 8 se representan las curvas de tracción obtenidas de fibras de seda víscida limpias, y de fibras de seda MA, ambas en estado supercontraído. Puede verse que las curvas para ambos materiales son muy similares.

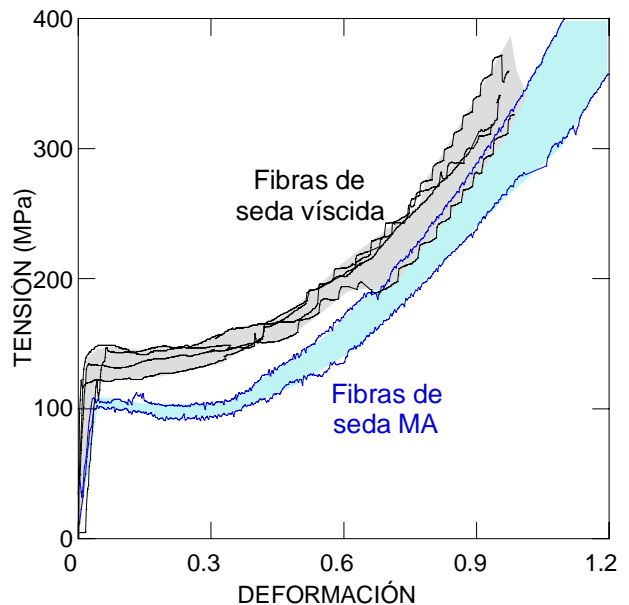


Fig. 8. Curvas de tracción simple de las fibras de seda víscida sin recubrimiento y curvas de referencia de seda MA [1], inicialmente supercontraídas en ambos casos (ensayos a 20°C y HR 35%).

La principal diferencia que existe entre las secuencias de las proteínas de la seda MA y las proteínas de las fibras internas del hilo víscido es que éste segundo material no presenta regiones de polialanina que sí están presentes en la seda MA [2]. Estos segmentos de las proteínas dan lugar a regiones cristalinas (microcristales β) y, a priori, esta diferencia es relevante y cabría esperar una diferencia notable en las propiedades de ambos materiales.

El hecho de que se haya encontrado que, tomando como base el estado supercontraído, ambos materiales presentan un comportamiento tan similar, indicaría que esta diferencia no es determinante.

4. CONCLUSIONES

En el trabajo se ha desarrollado una metodología para estudiar las propiedades mecánicas del hilo víscido de las telarañas orbiculares. Se ha encontrado que este material presenta una gran variabilidad de propiedades, sin correlación con la posición de los hilos en la tela. Este hecho debe hacer reconsiderar el interés de un estudio de mayor amplitud para obtener un mapa de propiedades mecánicas de una tela completa. El análisis estructural de una telaraña deberá tener en cuenta esta variabilidad de propiedades mecánicas.

Sin embargo, se ha comprobado que las muestras adyacentes de hilo presentan propiedades repetitivas, lo cual será de gran importancia para el estudio futuro del comportamiento de este material en función de diferentes factores.

Para estudiar el comportamiento mecánico de las fibras internas del hilo víscido (fibras producidas por la glándula flageliforme), se ha desarrollado una metodología de limpieza de los hilos, que permite eliminar el recubrimiento adherente.

Los primeros resultados obtenidos en ensayos de tracción simple muestran un asombroso parecido de las propiedades mecánicas de estas fibras de seda flageliforme y las fibras de seda MA, a pesar de que las diferencias en composición (ausencia de segmentos de polialanina en la seda flageliforme) hacían esperar una mayor diferencia. Un estudio futuro midiendo las propiedades mecánicas en diferentes condiciones permitirá acotar el efecto de la diferente composición.

AGRADECIMIENTOS

Los autores agradecen el soporte financiero de la Comunidad de Madrid a través de los programas ESTRUMAT-CM (MAT/77) y MADR.IB-CM/S-SAL/0312/2006, y del Ministerio de Educación y Ciencia a través del proyecto MAT2006-04387.

REFERENCIAS

- [1] M. Elices, J. Pérez-Rigueiro, G.R. Plaza, G.V. Guinea. *Finding Inspiration in Argiope Trifasciata Spider Silk Fibers*. Journal of Materials. February, pp. 60-66. 2005.
- [2] Gatesy, J., Hayashi, C., Motriuk, D., Woods, J., Lewis, R. *Extreme diversity, Conservation, and Convergence of Spider Silk Fibroin Sequences*. Science 291, 2603-2605, 2001.
- [3] Vollrath, F., Edmonds, D.T., *Modulation of Mechanical Properties of Spider Silk by Coating with Water*. Nature 340, 305-307, 1989.
- [4] Peters, H.M. *Ultrastructure of Orb Spiders' Gluey Capture Threads*. Naturwissenschaften 82, pp. 380-382. 1995.
- [5] Vollrath, F., *General Properties of Some Spider Silks*, in: Kaplan, D., Adams, W.W., Farmer, B., Viney, C. Eds. *Silk Polymers*, American Chemical Society. 1993.
- [6] J. Pérez-Rigueiro, M. Elices, M.A. Martínez, D. Carnero, G.V. Guinea. *Resistencia mecánica de la seda víscida de araña*. Polymer 44, pp. 5785-5788. 2003.
- [6] Pérez Rigueiro, J., Elices, M., Carnero, M.A., Antón, J., Carnero, D., y Guinea, G. V. *Resistencia mecánica de la seda víscida de araña*. Anales de Mecánica de la Fractura 21, 321-326, 2004.
- [7] Plaza, G.R., Pons, A., Elices, M., Pérez Rigueiro, J. y Guinea, G. V. *Absorción, disipación de energía mecánica y rotura de la seda víscida de araña*. Anales de Mecánica de la Fractura 22, 258-263, 2005.
- [8] Pérez-Rigueiro J, Elices M, Llorca J, Viney C. *Tensile properties of Attacus atlas silk submerged in liquid media*. Journal of Applied Polymer Science 82, pp. 2245-51. 2001.
- [9] Guinea, G.V., Elices, M., Pérez-Rigueiro, J., Plaza, G.R. *Self-tightening of spider silk fibers induced by moisture*. Polymer 44, pp. 5785-5788. 2003.
- [10] Gossline, J.M., Denny, M., Demont, M.E.. *Spider Silk as rubber*. Nature 309, 551-552. 1984.
- [11] Plaza, G.R., Guinea, G.V., Pérez-Rigueiro, J., Elices, M. *Thermo-hygro-mechanical behaviour of spider dragline silk: glassy and rubbery states*. Journal of Polymer Science B: Polymer Physics. 44, 994-999. 2006.
- [12] Elices, M., Pérez Rigueiro, J. Plaza, G.R., y Guinea, G. V. *Recovery in spider silk fibers*. Journal of Applied Polymer Science 92, 3537-3541, 2004.

COMPORTAMIENTO COHESIVO MULTIESCALA EN FENÓMENOS DE BIOADHESIÓN PARA MATERIALES CON ESTRUCTURA JERÁRQUICA

J.C. Suárez¹, M.A. Herreros¹, P. Pinilla¹, F. López¹, S. Miguel¹

¹ Grupo de Investigación en Materiales Híbridos, Universidad Politécnica de Madrid
ETS Ingenieros Navales, Avda. Arco de la Victoria, s/n, 28040 Madrid
E-mail: juancarlos.suarez@upm.es

RESUMEN

Los mecanismos de adhesión empleados por la naturaleza son diversos. Sin embargo, una característica común a todos ellos es la aparente capacidad de los sistemas biológicos para ser insensibles a la presencia de grietas (zonas despegadas) que pudieran mermar su capacidad resistente. Esta tolerancia está relacionada con la estructura jerárquica que se observa en estos materiales y que supone la organización en distintos niveles (nano, micro, meso y macroscópico) interconectados entre sí. Se presenta un modelo de las estructuras biológicas de los dedos de un cierto tipo de lagarto, el gecko, y cómo a partir de su estructura jerárquica se desarrollan leyes de comportamiento cohesivo multiescala, permitiendo que la adhesión conseguida sea insensible a la presencia de grietas interfaciales en todas las escalas de interés. El resultado final es un mecanismo de bioadhesión altamente eficiente, de carácter reversible, que permite al gecko correr por los techos, en superficies húmedas o secas, rugosas o lisas, y ser capaz de soportar fuerzas muy elevadas sin despegarse del sustrato.

ABSTRACT

There are quite a few adhesion mechanisms in nature. A prevailing feature is that all of them can operate robustly in the presence of crack-like flaws. Flaw tolerance is linked to the hierarchy observed in many biological systems, and precisely to the organization in several levels (nano, micro, meso and macroscopic) of the structural materials. An idealized, self-similar model, mimicking gecko's attachment system is presented, to demonstrate that structural hierarchy leads to multi-scale cohesive laws which can be designed to enable flaw tolerance at every length scale. Final outcome is a bioadhesion mechanism highly reliable, releasable, that is responsible of the extraordinary ability of gecko to climb on vertical walls and ceilings, wet or dry, smooth or rough surfaces, and sustain load without failure.

PALABRAS CLAVE: Bioadhesión, Estructura Jerárquica, Leyes Cohesivas Multiescala.

1. INTRODUCCIÓN

En la naturaleza, la organización jerárquica de las estructuras biológicas es una característica recurrente en muchos sistemas, incluyendo los huesos y las almohadillas adhesivas de las extremidades de los geckos [1]. La extraordinaria habilidad de los geckos para desplazarse por paredes verticales y techos sugiere que los mecanismos de adhesión involucrados son capaces de funcionar en presencia de grietas interfaciales [2].

Las estructuras jerárquicas responsables de la adhesión del *Gekko gekko* se muestran en la Figura 1. Un dedo de gecko contiene cientos de miles de fibras (setae) y cada una de ellas se ramifica cerca del extremo en cientos de fibrillas (spatulae) [3]. Cada una de las terminaciones se adhiere al sustrato mediante la acción de fuerzas de van der Waals[4]. La resistencia de la unión adhesiva se ve afectada no sólo por el tamaño de las fibrillas, sino también por la forma de las superficies en contacto: cuanto menor es el diámetro, menos importante es la

geometría del contacto [5]. Por debajo de ≈ 100 nm de diámetro las fibras son insensibles a la geometría del contacto y desarrollan su máxima resistencia adhesiva, marcada por la naturaleza de las fuerzas de van der Waals que se ponen en juego. Sin embargo, estas fuerzas son de muy corto alcance ($\approx 0,5$ nm), de manera que una pequeñísima separación entre la fibra y el sustrato supondría el fallo de la unión adhesiva. No es esto lo que se observa en el mecanismo de adhesión del gecko, que se muestra capaz de soportar tracciones de valor considerable sin que se produzca el fallo de la unión.

Se presenta un modelo sencillo de la estructura fibrilar del gecko que demuestra como la organización jerárquica juega un papel determinante para conseguir un mecanismo de adhesión robusto y activo a escalas cada vez mayores a medida que se van introduciendo niveles de organización autosimilares. La ley de comportamiento cohesivo que se observa al nivel más bajo de organización, que se ajusta a un modelo de Lennard-Jones típico de las interacciones de tipo van

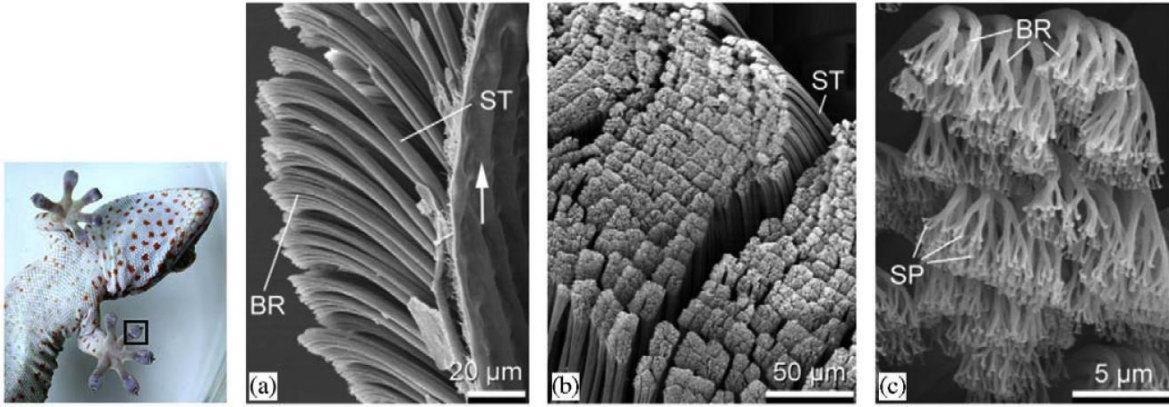


Figura 1. Estructura jerárquica de adhesión en las extremidades del Gekko gecko: (a) y (b) setae, ST, a distintos aumentos; (b) ramificaciones, BR, de spatulae, SP, en los extremos de ST.

der Waals [6], es una propiedad del material independiente del tamaño del sistema. La estructura jerárquica del material permite extender el comportamiento cohesivo a escalas mayores. En materiales con estructura jerárquica el concepto de ley de comportamiento cohesivo deja de ser una propiedad invariable del material y pasa a depender de la escala de interés en cada momento. Se obtienen de esta manera leyes de comportamiento multiescala [7] que hacen que el material sea insensible a la presencia de grietas interfaciales en un intervalo muy amplio de tamaños.

2. ADHESIÓN TOLERANTE A LA PRESENCIA DE GRIETAS INTERFACIALES

El contacto adhesivo entre sólidos elásticos falla normalmente por la propagación de zonas despegadas (grietas interfaciales) iniciadas en torno a asperezas, impurezas, contaminantes atrapados, etc. Las fuerzas aplicadas provocan una concentración de tensiones en los bordes de las zonas en contacto. Al aumentar la fuerza, la concentración de tensiones alcanza un nivel crítico y la unión adhesiva empieza a fallar por propagación de la grieta interfacial. En estas circunstancias, la resistencia adhesiva no es óptima porque sólo una pequeña fracción del material está soportando las tensiones más elevadas.

Para una única fibra en contacto con un sustrato se pueden establecer las condiciones para que la adhesión no falle por la propagación de una grieta interfacial, si no que la unión se comporte de manera tal que el fallo se produzca simultáneamente en toda la zona adherida. Esto supone el fallo del ligamento adherido en un estado de tensión uniforme, es decir, sin que se produzca concentración de la tensión en los límites de la zona adherida.

Dependiendo de la geometría del extremo de la fibra en contacto con el sustrato, el fallo puede producirse por propagación de la grieta interfacial, de acuerdo al

criterio de Griffith, bajo la acción de una fuerza de despegado

$$P_{crack}^f = \pi R^2 \sqrt{\frac{8}{\pi}} \left(\frac{E^* W_{ad}}{R} \right)^{1/2} \quad (1)$$

donde W_{ad} es el trabajo de adhesión y

$$E^* = \left[\frac{(1-\nu_f^2)}{E_f} + \frac{(1-\nu_s^2)}{E_s} \right]^{-1} \quad (2)$$

E_f , E_s , ν_f y ν_s son los módulos de Young y los coeficientes de Poisson de la fibra y el sustrato respectivamente. Por otra parte, si el fallo se produce bajo la condición de tensión uniforme e igual a la resistencia adhesiva teórica, σ_{th} , la fuerza que produce el despegado es

$$P_{th}^f = \pi R^2 \sigma_{th} \quad (3)$$

Generalmente, P_{crack}^f es mucho menor que P_{th}^f . Sin embargo, a medida que se reduce el tamaño de la fibra ambas fuerzas se van acercando a un mismo valor hasta que coinciden para un valor crítico del radio dado por

$$R_{cr} = \frac{8}{\pi} \frac{E_f W_{ad}}{(1-\nu_f^2) \sigma_{th}^2} \quad (4)$$

3. DISIPACIÓN DE ENERGÍA EN ESTRUCTURAS FIBRILARES

Como se puede ver en (4), R_{cr} es proporcional al trabajo de adhesión W_{ad} que normalmente es equiparado a la diferencia entre las energías superficiales de fibra (γ_f) y sustrato (γ_s) con la energía interfacial fibra-sustrato (γ_{fs}), de manera que $\Delta\gamma = \gamma_f + \gamma_s - \gamma_{fs}$. Sin embargo, esta interpretación es sólo correcta si no está implicado ningún otro mecanismo de disipación de energía. En el caso de fibras elásticas esbeltas, con un tamaño tal que se establezca una unión adhesiva fuerte con el sustrato

(insensible a la presencia de grietas interfaciales) es necesario tomar en consideración términos adicionales de disipación de energía). Para fibras suficientemente largas, la deformación elástica de las fibrillas supone una contribución significativa en el proceso de separación: la energía de deformación elástica almacenada en cada fibrilla entra a formar parte de la “energía cohesiva” que ha de ser disipada cuando se produce el fallo. En estas circunstancias, el trabajo de adhesión viene dado por la expresión

$$W_{ad} = \left(\Delta\gamma + \frac{\sigma_{th}^2 L}{2E_f} \right) \varphi \quad (5)$$

donde L es la longitud de las fibrillas y φ la fracción de área cubierta por las fibrillas.

El trabajo necesario para separar las fibrillas del sustrato es, pues, el necesario para deformar las fibrillas hasta el momento que se alcanza la tensión necesaria para vencer la interacción de van der Waals con el sustrato. De hecho, el segundo término de la ecuación (5) es mayor en los casos de interés práctico. Este aumento del trabajo de adhesión debido a la presencia de estructuras fibrilares ha sido señalado por [8]. Por otra parte, la longitud de las fibrillas no puede ser demasiado grande pues se corre el riesgo de que se produzca un apelmazamiento de un grupo de ellas, como vamos a tratar en la siguiente sección.

4. CONDICIÓN LÍMITE DE APELMAZAMIENTO DE FIBRAS

Las interacciones de van der Waals entre fibras vecinas pueden conducir a que se unan unas a otras, apelmazándose. Los detalles concretos de la condición de apelmazamiento dependen de la geometría exacta de cada fibra y de la distribución espacial de las fibrillas. En este artículo, siguiendo a [9], supondremos que las fibras son cilíndricas y la distribución de fibrillas hexagonal. Para otras situaciones se llega a resultados que son cualitativamente semejantes.

Dadas dos fibras cilíndricas de radio R separadas por una distancia $2w$, existe una longitud crítica L_{cr} de las fibras para la cual se produce espontáneamente la unión de fibrillas vecinas debido a la interacción por fuerzas de van der Waals

$$L_{cr} = \left[\frac{\pi^4 E_f R}{2^{11} \gamma_f (1 - \nu_f^2)} \right]^{1/12} \left[\frac{12 E_f R^3 w^2}{\gamma_f} \right]^{1/4} \quad (6)$$

Suponiendo que las fibras están distribuidas siguiendo un patrón regular hexagonal, se puede correlacionar la separación de las fibras, su radio y la fracción de área, φ , ocupada por las mismas

$$w = \left(\sqrt{\frac{\varphi_{max}}{\varphi}} - 1 \right) R \quad (0 < \varphi < \varphi_{max}) \quad (7)$$

donde φ_{max} es la fracción de área máxima que puede estar ocupada por las fibrillas para un patrón regular dado. Para una distribución hexagonal, $\varphi_{max} = \pi/3\sqrt{3}$. Substituyendo (7) en (6)

$$L_{cr} = R \alpha \left(\frac{E_f R}{\gamma_f} \right)^{1/3} \left(\sqrt{\frac{\varphi_{max}}{\varphi}} - 1 \right)^{1/2} \quad (8)$$

donde

$$\alpha = \left[\frac{3^3 \pi^4}{2^5 (1 - \nu_f^2)} \right]^{1/12} \quad (9)$$

5. DISEÑO JERÁRQUICO DE ESTRUCTURAS FIBRILARES: ADHESIÓN EN GECKOS

Como se ha visto, la estructura fibrilar aumenta el trabajo de adhesión debido a la energía de deformación elástica de las fibrillas y lo hace de manera proporcional a la longitud de las mismas. Sin embargo, este efecto tiene un límite pues por encima de cierta longitud crítica las fibrillas empiezan a apelmazarse. Esto es, el apelmazamiento de las fibras impone en la práctica un límite superior a la escala para la cual es efectiva la tolerancia de la unión adhesiva a la presencia de grietas interfaciales. Para poder extender el fenómeno a escalas mayores, es precisa una estructura jerárquica en múltiples niveles. Esto es, para un nivel dado, la punta de cada fibra está cubierta de multitud de fibrillas de longitud inferior a la crítica y cada una de ellas, a su vez, también estará conformada por filamentos de menor tamaño. Esta estructura jerárquica es la que se observa en los dedos de los geckos y de otros anfibios e insectos.

Para evaluar de manera cuantitativa el comportamiento macroscópico de una estructura jerárquica de esta naturaleza, se puede plantear un modelo abajo-arriba como el esquematizado en la Figura 2

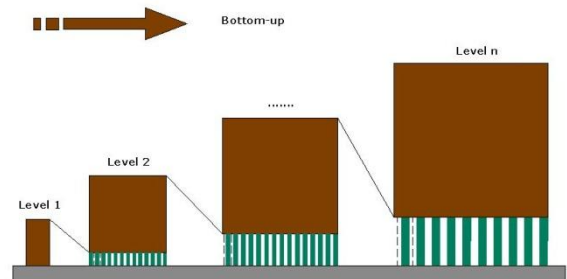


Figura 2. Modelo de la estructura jerárquica de adhesión en las extremidades del Gekko gekko.

En el nivel jerárquico más bajo (nivel 1), el proceso de fallo está gobernado por la interacción de van der Waals entre las fibrillas más pequeñas (ultraestructura) y el

substrato. El radio máximo de las fibrillas que garantiza una adhesión tolerante a las grietas interfaciales es

$$R_1 = \frac{8\Delta\gamma E_f}{\pi(1-\nu_f^2)\sigma_{th}^2} \quad (10)$$

La condición de no apelmazamiento impone para el nivel 1 una longitud crítica de fibrilla

$$L_1(\varphi_1) = R_1 \alpha \left(\frac{E_f R_1}{\gamma_f} \right)^{1/3} \left(\sqrt{\frac{\varphi_{max}}{\varphi_1}} - 1 \right)^{1/2} \quad (11)$$

Con estos parámetros, el trabajo de adhesión asociado con el segundo nivel jerárquico es

$$W_2^{ad} = \left(\frac{\sigma_{th}^2 L_1}{2E_f} + \Delta\gamma \right) \varphi_1 \quad (12)$$

que es una función de la fracción de área φ_1 . El trabajo de adhesión en el nivel 2 presenta un máximo para un valor específico de φ_1 : una mayor densidad de fibras requeriría de fibras más cortas para impedir su apelmazamiento. Podemos, pues, determinar el valor de φ_1 correspondiente al máximo del trabajo de adhesión en el nivel 2. Conociéndolo, es inmediato obtener el valor de L_1 utilizando (10). De esta manera, hemos obtenido todos los parámetros estructurales que caracterizan el nivel 1: R_1 , L_1 y φ_1 .

Para el siguiente nivel jerárquico (nivel 2), se puede obtener el radio máximo de las fibrillas que garantiza una adhesión tolerante a las grietas interfaciales mediante

$$R_2 = \frac{8W_2^{ad} E_f}{\pi(1-\nu_f^2)(S_2)^2} = \frac{8W_2^{ad} E_f}{\pi(1-\nu_f^2)(\varphi_1 \sigma_{th})^2} \quad (13)$$

donde $S_2 = \varphi_1 \sigma_{th}$ es la resistencia adhesiva efectiva en el nivel 2. De manera análoga se obtiene la condición de no apelmazamiento en el nivel 2

$$L_2(\varphi_2) = R_2 \alpha \left(\frac{E_f R_2}{\gamma_f} \right)^{1/3} \left(\sqrt{\frac{\varphi_{max}}{\varphi_2}} - 1 \right)^{1/2} \quad (14)$$

A partir de la cual se puede obtener el trabajo de adhesión del nivel 3

$$\begin{aligned} W_3^{ad}(\varphi_2) &= \left(W_2^{ad} + \frac{(S_2)^2 L_2}{2E_f} \right) \varphi_2 \\ &= \left(W_2^{ad} + \frac{(\varphi_1 \sigma_{th})^2 L_2}{2E_f} \right) \varphi_2 \end{aligned} \quad (15)$$

Una vez determinado el valor de φ_2 correspondiente al máximo del trabajo de adhesión en el nivel 3, se puede obtener el valor de L_2 utilizando (14). De esta manera, se tienen los parámetros estructurales que caracterizan el nivel 2: R_2 , L_2 y φ_2 .

Se puede proponer un procedimiento iterativo de carácter general y así determinar los parámetros

estructurales para todos los niveles jerárquicos en que se organiza el modelo de biomaterial. Suponiendo que hemos determinado los parámetros de los $(n-1)$ niveles precedentes, esto es, conocidos R_i , L_i , φ_i y W_i^{ad} ($i=1,2,\dots,n-1$) así como W_n^{ad} , el radio máximo de las fibras que asegura el comportamiento tolerante a la presencia de grietas interfaciales en el nivel n es

$$R_n = \frac{8W_n^{ad} E_f}{\pi(1-\nu_f^2)(S_n)^2} = \frac{8W_n^{ad} E_f}{\pi(1-\nu_f^2)(\sigma_{th} \Phi_{n-1})^2} \quad (16)$$

donde la resistencia adhesiva efectiva del nivel n viene dada por

$$S_n = \sigma_{th} \Phi_{n-1}, \quad \Phi_{n-1} = \varphi_1 \varphi_2 \cdots \varphi_{n-1} = \prod_{i=1}^{n-1} \varphi_i \quad (17)$$

La longitud máxima de fibra admisible en el nivel n para que no se produzca el apelmazamiento puede expresarse en función de la fracción de área ocupada por las fibras en ese nivel, φ_n

$$L_n(\varphi_n) = R_n \alpha \left(\frac{E_f R_n}{\gamma_f} \right)^{1/3} \left(\sqrt{\frac{\varphi_{max}}{\varphi_n}} - 1 \right)^{1/2} \quad (18)$$

El trabajo de adhesión para el nivel $(n+1)$

$$\begin{aligned} W_{n+1}^{ad}(\varphi_n) &= \left(W_n^{ad} + \frac{(S_n)^2 L_n}{2E_f} \right) \varphi_n \\ &= \left(W_n^{ad} + \frac{(\sigma_{th} \Phi_{n-1})^2 L_n}{2E_f} \right) \varphi_n \end{aligned} \quad (19)$$

A partir de (19) se puede obtener la fracción de área ocupada por las fibras en el nivel n , φ_n , que maximiza el trabajo de adhesión en el nivel $(n+1)$. De esta manera, conocemos inmediatamente el valor de L_n y de W_{n+1}^{ad} .

A partir del radio de las fibrillas y de la fracción de área ocupada por las mismas en cada nivel, se puede calcular el número de fibrillas en la punta de cada fibra del nivel superior

$$N_n^f = \varphi_n \left(\frac{R_{n+1}}{R_n} \right)^2 \quad (20)$$

También se puede obtener la fuerza que produce el despegado para cada nivel jerárquico

$$F_n = \pi R_n^2 S_n \quad (21)$$

Tabla 1. Propiedades de la queratina que forma las fibrillas en las extremidades del gecko

E_f	1 GPa
ν_f	0,3
$\Delta\gamma$	10 mJ/m ²
γ_f	5 mJ/m ²
σ_{th}	20 MPa

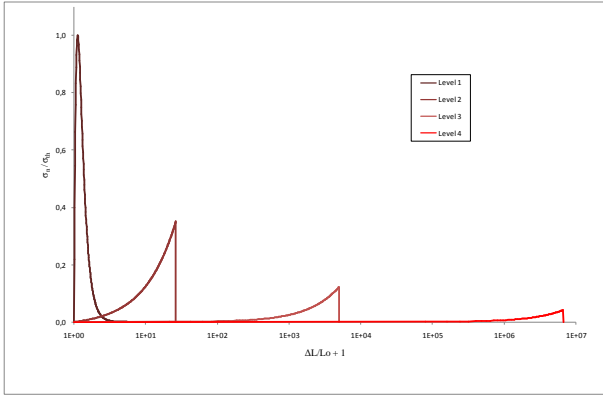


Figura 3. Leyes cohesivas dependientes de la escala del nivel jerárquico considerado.

A partir de las propiedades recogidas en la Tabla 1, el radio crítico de las fibras para obtener una adhesión tolerante a las grietas resulta ser de unos 100 nm al nivel más bajo de la estructura y va creciendo a medida que se van añadiendo niveles. También se aprecia que la fracción de área ocupada por fibras en cada nivel converge a un valor constante tras el tercer nivel jerárquico. La resistencia efectiva de la unión adhesiva va decreciendo asintóticamente y tendiendo a cero a medida que se escalan niveles. Por otra parte, la fuerza necesaria para despegar completamente el material del sustrato aumenta al aumentar los niveles organizativos. Por último, el número de fibrillas aumenta bruscamente con cada nuevo nivel jerárquico. Los resultados obtenidos con el modelo concuerdan bien con los medidos en el gecko.

En cada nivel jerárquico, la ley cohesiva de comportamiento incluye dos contribuciones. Una es la separación real entre las superficies de contacto al nivel más bajo (extremos de las fibrillas) que, como se ha comentado, responde a un modelo de Lennard-Jones. La otra contribución viene determinada por la extensión elástica acumulada de las fibras en todos los niveles inferiores. La Figura 3 muestra para los cuatro primeros niveles las leyes cohesivas de comportamiento que se desarrollan. A medida que se incrementa el nivel jerárquico, la resistencia de la unión adhesiva disminuye pero a cambio se logra extender enormemente el alcance efectivo de la interacción. Dicho de otra manera, la estructura jerárquica transforma el carácter original de la interacción mediante fuerzas de van der Waals, intensa pero de corto alcance, en una interacción que depende de la escala considerada, relativamente débil pero de muy largo alcance. Este compromiso entre intensidad y alcance de la interacción es muy beneficioso desde el punto de vista del fallo adhesivo: conduce a un incremento exponencial del trabajo de adhesión al subir en los niveles jerárquicos.

Sin embargo, la organización no se extiende más allá del tercer nivel jerárquico. Una pregunta que se plantea es por qué la naturaleza no ha evolucionado introduciendo más niveles organizativos, lo cual

permitiría disfrutar de mecanismos similares de adhesión en especies más pesadas. La respuesta hay que buscarla en el límite de resistencia debido a la rotura de las propias fibras.

6. LIMITE DEL MECANISMO DE ADHESIÓN: FRACTURA DE LAS FIBRAS

Al aumentar la resistencia adhesiva, mediante la organización en niveles jerárquicos constituidos por estructuras fibrilares cada vez más refinadas, el fallo puede pasar de ser el de decohesión de la interfase a convertirse en la rotura de las propias fibras.

Considerando una fibra individual en el nivel n con una grieta semicircular en el centro de la sección transversal, la tensión máxima a tracción que provoca la rotura de la misma viene dada por

$$\sigma_n^{max} = \sqrt{\frac{E_f^* \Gamma_f}{R_n}} \sqrt{\frac{\pi R_n}{2a}} \quad (22)$$

Donde a es el radio de la grieta, Γ_f es la energía de fractura de la queratina y

$$g\left(\frac{a}{R_n}\right) = \frac{1 - 0,5a/R_n + 0,148(a/R_n)^3}{\sqrt{1 - a/R_n}} \quad (23)$$

es un parámetro geométrico. Considerando que la grieta llega hasta el centro de la fibra, $a/R_n = 0,5$, la ecuación (22) queda reducida a

$$\sigma_n^{max} = 1,63 \sqrt{E_f^* \Gamma_f / R_n} \quad (24)$$

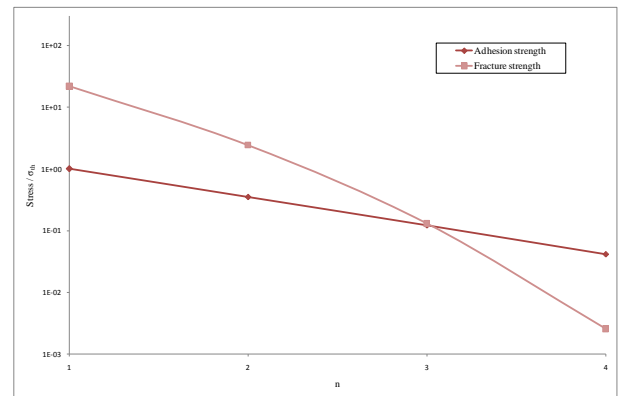


Figura 4. Comparación entre la resistencia adhesiva y la tensión de rotura de las fibras en cada nivel.

Si $\sigma_n^{max} > S_n$ el fallo adhesivo es el dominante y el incrementar los niveles jerárquicos es aún una opción. Por el contrario, si $\sigma_n^{max} < S_n$ la rotura de fibrillas es el mecanismo principal de fallo, lo cual impone un límite superior al diseño jerárquico. La Figura 4 muestra cómo por encima del tercer nivel jerárquico, con las propiedades consideradas en la Tabla 1, la tensión de

rotura de las fibras es inferior a la resistencia de la unión adhesiva: las fibras se rompen antes de desprenderse.

Por tanto, aunque no hay límite superior para la adhesión tolerante a las grietas interfaciales vía el diseño jerárquico de las estructuras fibrilares, la rotura de las propias fibrillas impone un límite en la práctica para el uso de esta estrategia.

7. CONCLUSIONES

Un material relativamente rígido, como es la queratina que forma las fibrillas, y que está por encima del límite de Dahlquist para exhibir propiedades adhesivas logra, sin embargo, tener un módulo aparente mucho menor debido a la organización jerárquica en distintos niveles. De esta manera, alcanza las condiciones de adherencia.

La estructura jerárquica es también responsable de la aparición de leyes de comportamiento cohesivo a las diferentes escalas de organización. El material se hace insensible a la presencia de grietas interfaciales en un amplio intervalo de tamaños. Este comportamiento es imposible para materiales sin estructura jerárquica.

Para un material jerárquico, la zona de disipación de energía en torno al borde de la zona de contacto aumenta con la escala de la grieta interfacial. A mayor rugosidad superficial, las estructuras fibrilares que se ponen en juego son las de niveles organizativos superiores, y de esa manera se amplía el tamaño de las zonas de disipación de energía. De esta manera, el trabajo de adhesión aumenta exponencialmente al incrementarse el rango de interacción cohesiva mediante la extensión de las fibras elástica en los distintos niveles.

Cada nivel de jerarquía tiene siempre una doble misión: juega el papel de material para los niveles organizativos inferiores mientras actúa, al mismo tiempo, como parte del enlace cohesivo al sustrato para los niveles superiores. La resistencia adhesiva y la distancia a la que es activa la interacción con el sustrato dejan de ser una constantes en un material con estructura jerárquica.

Aunque no hay un límite superior para la adhesión tolerante a la presencia de grietas interfaciales mediante el diseño de estructuras fibrilares con estructura jerárquica, la rotura de las propias fibras por la presencia de grietas internas impone un límite práctico a la posibilidad de escalar esta estrategia a niveles superiores.

AGRADECIMIENTOS

Los autores desean agradecer a la Universidad Politécnica de Madrid por la financiación recibida dentro del proyecto M0700204123 para llevar a cabo la

presente investigación. Asimismo, reconocer la colaboración de José Illescas, Ana Soria y Ana García en la realización de los ensayos.

REFERENCIAS

- [1] Autumn, K., (et al). “*Adhesive force of a single gecko foot-hair*”. Article. Nature nº 405 pág: 681-685. (2000)
- [2] Gao, H., (et al) . “*Materials become insensitive to flaws at nanoscale: lessons from nature*”. Article. Proc. Natl. Acad. Sci. USA nº 100. pág 5597-5600 (2003)
- [3] Autumn, K. “*Gecko adhesion: Structure, function, and Applications*”. Article. MRS bulletin Vol. 32. Pág: 473-478. (JUN 2007)
- [4] Huber, G., (et al). “*Resolving the nanoscale adhesion of individual gecko spatulae by atomic force microscopy*”. Article. Biol Lett. Nº 1. Pág: 2-4. (2005)
- [5] Gao, H., (et al). “*Shape insensitive optimal adhesion of nanoscale fibrillar structures*”. Article. Proc. Natl. Acad. Sci. USA nº 101. Pág: 7851-7856. (2004)
- [6] Greenwood, J.A. “*Adhesion of elastic spheres*”. Article. Proc. R. Soc. London nº 453. Pág: 1277-1297. (1997)
- [7] Yao, H and Gao, H. “*Multi-scale cohesive laws in hierarchical materials*”. Article. International Journal of Solids and Structures nº 44. Pág: 8177-8193. (2007).
- [8] Jagota, A., (et al). “*Mechanics of adhesion through a fibrillar microstructure*”. Article. Integr. Comp. Biol. Nº 42. Pág: 1140-1145. (2002)
- [9] Glasmaker, N.J., (et al). “*Design of biomimetic fibrillar interfaces: Making contact*”. Article. J. R. Soc. London Interface nº 1. Pag: 23-33. (2004)

EDITORIAL	◆
CONFERENCIAS INVITADAS	◆
FRACTURA DE MATERIALES BIOLÓGICOS Y BIOMATERIALES	◆
FRACTURA DE MATERIALES CERÁMICOS Y PÉTREOS	◆
FRACTURA DE MATERIALES METÁLICOS	◆
FRACTURA DE MATERIALES POLÍMEROS	◆
FATIGA E INTERACCIÓN CON EL MEDIO AMBIENTE	◆
MÉTODOS ANALÍTICOS Y NUMÉRICOS	◆
SEGURIDAD Y DURABILIDAD DE ESTRUCTURAS	◆
TÉCNICAS EXPERIMENTALES	◆
APLICACIONES Y CASOS PRÁCTICOS EN INGENIERÍA	◆
ÍNDICE TEMÁTICO	◆
ÍNDICE DE AUTORES	◆

ESTUDIO DE LOS MECANISMOS DE FRACTURA DURANTE LA OXIGENACIÓN DEL YBCO

J.J. Roa¹, X.G. Capdevila¹, M. Segarra¹

¹ Departamento de Ciencia de los Materiales y Ing. Metalúrgica (Universidad de Barcelona),
C/ Martí i Franqués, 1,
08028 Barcelona. España
E-mail: joanjosep_roa@ub.edu

RESUMEN

Estudio del proceso de fractura en el plano cristalográfico 001 (ab) durante el proceso de oxigenación de materiales superconductores de $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$ (YBCO, a menudo conocido como Y123) mediante nanoindentación a temperatura ambiente; las muestras se han estudiado a diferentes cargas aplicadas: 5, 10, 30 y 100 mN. Este estudio ha sido realizado en muestras monocristalinas con estructura tetragonal, texturadas mediante la técnica de crecimiento inducido por semilla (Top seeding melt growth, TSMG) obteniendo la fase ortorrómbica tras el tratamiento de oxigenación. Los valores de dureza se han calculado a partir de las ecuaciones de Oliver y Pharr para ambas fases observándose una disminución de los valores para la fase ortorrómbica debido a la fragilización del material durante el proceso de oxigenación (*formación de microgrietas*). La caracterización microestructural de las probetas de estudio se ha realizado mediante microscopia de barrido (FE-SEM) y microscopia de transmisión (TEM).

ABSTRACT

Study of the process of fracture in the crystallographic plane 001 (ab) during the process of oxygenation of superconductors materials of $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$ (YBCO, often known like Y123) by means of nanoindentation at room temperature; the samples have been studied to different applied loads: 5, 10, 30 and 100 mN. This study was carried out for different single-crystals with tetragonal structure, textured by Top seeding melt growth (TSMG) technique obtaining the Orthorhombic phase after the oxygenation process. The values of hardness have been calculated through the Oliver and Pharr's equations for both phases, a decrease of the values being observed for the phase orthorhombic due to the fragilization of the material during the process of oxygenation (formation of micro cracks). The microstructural characterization of the samples have been realized by scanning electron microscopy (FE-SEM) and transmission electron microscopy (TEM).

PALABRAS CLAVE: Materiales superconductores, YBCO, Nanoindentación, Fractura proceso Oxigenación.

1. INTRODUCCIÓN

Los materiales superconductores son aquellos que, por debajo de una determinada temperatura, presentan una resistencia nula al paso de corriente.

Las propiedades eléctricas y estructurales de los materiales superconductores de alta temperatura crítica (HTSC) de YBCO, a temperaturas criogénicas ($\sim 77\text{K}$, temperatura del nitrógeno líquido) depende de la saturación de oxígeno en la celda unidad, δ [1].

Los materiales superconductores de YBCO, pueden ser fabricados mediante crecimiento inducido por semilla (TSMG) o la técnica Bridgman. Ambas, nos proporcionan monocristales de YBCO en forma másica, conocido como "*bulk materials*". Los materiales másicos de YBCO para que sean funcionales, deben contener una dispersión de finas partículas de Y_2BaCuO_5 (Y211) en el interior de la matriz (Y123). El

tamaño promedio de los precipitados suele fluctuar entre 1-5 μm , dependiendo de las condiciones de conformado [2].

Tanto el conformado como la oxigenación producen grietas en el material (*macrogrietas y microgrietas*). Las macrogrietas se producen durante el proceso de texturación. Éstas, aparecen alrededor de los precipitados de Y211 debido a la diferencia del coeficiente de expansión térmica entre el Y211 y el Y123 (*el coeficiente de expansión térmica entre 20 y 900°C es de $1,24 \cdot 10^{-5} \text{ K}^{-1}$ y $1,70 \cdot 10^{-5} \text{ K}^{-1}$, respectivamente* [3]). Durante el proceso de solidificación, los precipitados, se encuentran en un estado compresivo y puede provocar la rotura o el agrietamiento de la matriz a lo largo del plano cristalino (001) [4]. Durante el proceso de oxigenación, se producen microgrietas en el YBCO cuando se produce la transformación cristalina de la fase tetragonal (T, *no superconductora*) a la fase ortorrómbica (O,

superconductora). En éste, el eje c de la celda unidad del YBCO, se contrae cuando δ aumenta; los parámetros de red a y b se separan durante la transformación de fase [4]. Este efecto, es debido principalmente a los coeficientes de difusión del oxígeno en los diferentes planos cristalográficos. El coeficiente de difusión en el plano ab es alrededor de 10^4 - 10^6 veces mayor que en el plano c [5].

Principalmente, podemos clasificar los mecanismos de fractura en el plano ab durante la oxigenación del YBCO en dos grandes grupos:

- Mecanismos debido al proceso de texturación del material, por ejemplo: *estrés mecánico y porosidad*.
- Mecanismos debido al proceso de oxigenación: *difusión en estado sólido de las muestras de YBCO con un flujo de oxígeno*.

Estrés mecánico: producido principalmente durante el proceso de texturación (*paso de la temperatura peritética a temperatura ambiente*). Este mecanismo de fractura, se debe principalmente a la diferencia existente entre el coeficiente de expansión térmica entre ambas fases

Porosidad: durante este proceso, la porosidad fragiliza la zona colindante al poro; provocando posibles efectos de desconchamiento o delaminación al realizar el estudio de las propiedades mecánicas mediante nanoindentación. Este efecto, se ve fuertemente agravado al producir el cambio de fase (T→O). Son puntos donde se crean microgrietas y facilitan el proceso de oxigenación; aumentando su fragilidad.

Proceso de oxigenación de las muestras: durante este proceso, el mecanismo de fractura producido se conoce como: *propagación subcrítica de fisuras asociada a interacciones con el medio ambiente*. En el caso de materiales monocristalinos, YBCO, con la acción de oxigenación (bombardeo continuo de O_2) produce una transformación cristalina (T→O) en las paredes de la microgrieta, tal como se muestra esquemáticamente en la figura 1.

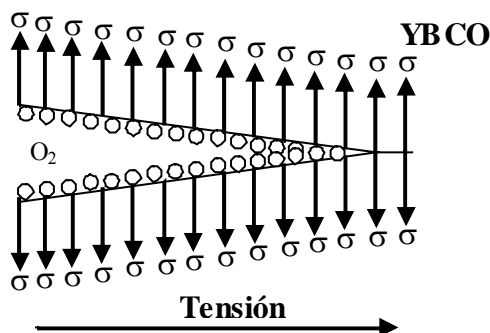


Figura 1. Mecanismo de propagación subcrítica de fisuras en cerámicas superconductoras de YBCO, mediante el proceso de oxigenación.

Como se ha citado anteriormente, existen diversos tipos de mecanismos de fractura para éste tipo de materiales. En este estudio experimental, únicamente nos centraremos en el estudio de los mecanismos de fractura durante el proceso de oxigenación de las muestras (T→O). Este estudio se realizará en el plano cristalográfico ab mediante la técnica de nanoindentación.

Los materiales de YBCO, presentan unas pobres propiedades mecánicas debido a su naturaleza cerámica. Este efecto, se incrementa a temperaturas criogénicas [6]. Propiedades mecánicas tales como la nanodureza, módulo elástico, etc. se encuentran fuertemente relacionada con la estructura (T o O) y la composición de los sólidos y el estudio de las propiedades mecánicas se ha llevado a cabo mediante nanoindentación. Ésta, es una técnica muy versátil; permitiendo el estudio de las propiedades mecánicas a escalas sub-micrométricas. Nanoindentación es una técnica no destructiva y permite la realización de indentaciones selectivas en un amplio rango de cargas aplicadas, de 50 nN hasta 500 mN. En la actualidad, la nanoindentación es una técnica ampliamente utilizada en el estudio y caracterización de las propiedades mecánicas de materiales en forma másica, capas delgadas, etc. La mayor ventaja de esta técnica es que nos permite encontrar directamente las propiedades mecánicas a partir de las curvas carga-penetración, o también conocidas como curvas P-h.

En este trabajo experimental, se ha realizado un estudio de los diferentes mecanismos de fractura en el plano cristalográfico donde ocurre el efecto de la superconductividad (ab) a partir de las propiedades mecánicas de cada fase (Y123 y Y211) a temperatura ambiente. Diferentes cargas (5, 10, 30 y 100 mN) han sido aplicadas en el plano ab mediante un indentador tipo Berkovich para muestras monocristalinas de YBCO texturadas mediante la técnica TSMG.

Los valores de dureza de las diferentes fases han sido calculadas a través de las ecuaciones de Oliver y Pharr [7].

Las indentaciones realizadas en cada plano cristalográfico, así como las microgrietas producidas durante el proceso de oxigenación han sido observadas mediante microscopia de barrido (FE-SEM).

Las tensiones residuales producidas por el proceso de oxigenación del material han sido caracterizadas mediante microscopia electrónica de transmisión (TEM).

2. PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL

2.1. Procesado de las muestras

El material utilizado para la fabricación del YBCO ha sido obtenido mediante la técnica de atrapamiento catiónico con alcohol polivinílico [8]. La composición empleada fue: 69% w/w Y123, 30 % w/w Y211 y 1%

w/w $\text{CeO}_2 \cdot n\text{H}_2\text{O}$. El material de síntesis se somete a un proceso de calcinación y a una posterior molienda mediante un mortero de ágata con el fin de reducir el tamaño específico de las partículas de YBCO.

Las piezas superconductoras de YBCO en verde han sido obtenidas mediante prensado uniaxial en frío. Posteriormente, se coloca una semilla de $\text{NdBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7.8}$ en la parte superior de la pastilla que actuará como plantilla cuando la temperatura en el proceso de texturación se encuentre por debajo de la temperatura peritética. La reacción que se lleva a cabo se conoce como reacción peritética, donde el YBCO crece a partir de un frente de crecimiento rico en Ba y Cu ($\text{BaCuO}_2 + \text{CuO}$) y una fase sólida existente, Y211 [9] para obtener un monocristal.

Después del proceso de texturación, el YBCO es oxigenado en un horno horizontal con un flujo de oxígeno (99,999% pureza) de 0,4 l/min a 450°C durante 240 h [10]. El proceso de oxigenación, es la etapa limitante durante la obtención de materiales superconductores. En esta etapa el oxígeno debe difundirse desde la superficie del material hasta su interior. Durante éste, se produce la mayor cantidad de microgrietas.

2.2. Revelado superficial de la muestra

Para poder observar las grietas generadas durante la oxigenación, se debe de hacer el revelado superficial de la muestra para observarla por FE-SEM.

Posteriormente, se realiza un pulido metalográfico de la cara a observar y se sumerge la probeta en la disolución previamente preparada (10% vol/vol de ácido clorhídrico "HCl" en alcohol metílico " CH_2OH "). Para poder frenar el ataque químico, se sumerge la probeta en CH_2OH durante unos 10 s.

2.3. Propiedades mecánicas

Las nanoindentaciones han sido realizadas mediante un Nano Indenter® XP (MTS, Systems Corporation) equipado con el software, Test Works 4 professional y observadas mediante FE-SEM con un Hitachi H-4100 y TEM con un Philips CM30 equipado con GatanBackup para realizar el tratamiento de las imágenes (SCT Barcelona). Los ensayos de nanoindentación, fueron realizados en el plano ab de las muestras de estudio a temperatura ambiente. Las cargas aplicadas fueron 5, 10, 30 y 100 mN. El tiempo de carga/descarga para cada una de las indentaciones realizadas ha sido de 15s. Las indentaciones han sido realizadas mediante una punta de indentación tipo Berkovich.

Cada valor de dureza (H) que se encuentran en la tabla 1, es el promedio de 80 medidas realizadas en dos monocristales diferentes para cada estructura (T y O).

Como se puede observar en la figura 2, las curvas P-h han sido analizadas para determinar la H.

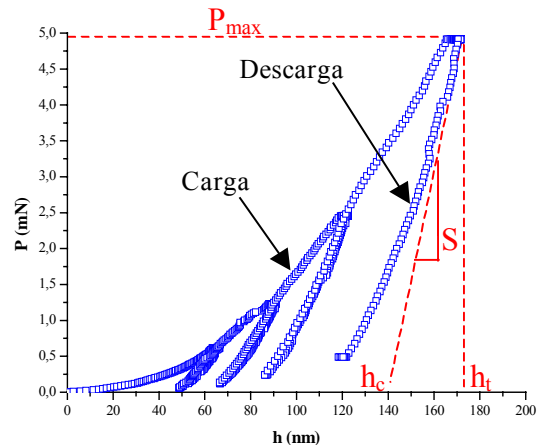


Figura 2. Curva característica P-h para una carga aplicada de 5 mN.

De acuerdo con las ecuaciones de Oliver y Pahr [7], obtenemos los valores de H:

$$h_c = h_t - \varepsilon \cdot \frac{P_{\max}}{S} \quad (1)$$

$$A = A(h_c) = 24,56 \cdot h_c^2 \quad (2)$$

$$H = \frac{P}{A} \quad (3)$$

donde ε es la tensión (0,75 para un indentador tipo Berkovich); P_{\max} es la carga máxima aplicada; A es la área proyectada a carga máxima; h_c es la profundidad de penetración de contacto; h_t es la profundidad de penetración máxima y S es la pendiente elástica obtenida a partir de la curva de P-h [7].

3. RESULTADOS Y DISCUSIÓN

Para intentar conocer el mecanismo de fractura que tiene lugar durante el proceso de oxigenación, se han realizado ensayos mediante nanoindentación para determinar el valor de H de cada una de las fases así como la del composite. Este estudio se ha realizado tanto para la fase sin oxigenar (*tetragonal*) como para la oxigenada (*ortorrómbica*).

En la figura 3, se puede observar una matriz de indentaciones para la fase ortorrómbica, cuando la carga aplicada es de 30 y 100 mN. En ella, se observa que alrededor de todas las indentaciones, se produce una delaminación del material. Este efecto, es debido principalmente al campo de tensiones existente durante la texturación del material y a las microgrietas generadas durante el proceso de oxigenación.

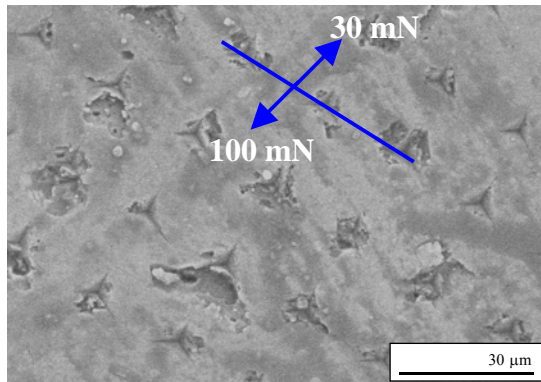
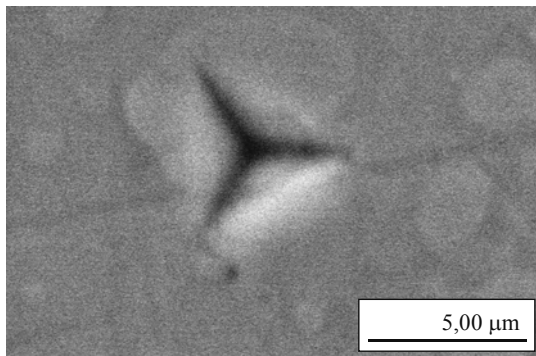
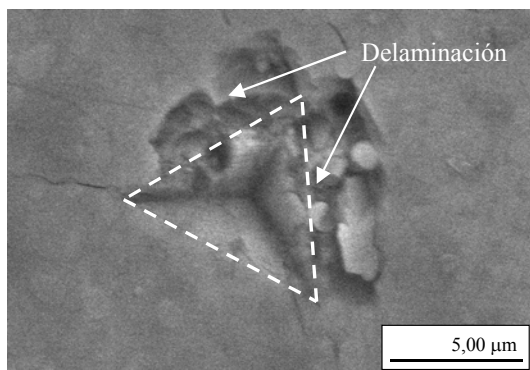


Figura 3. Matriz de indentación obtenidas mediante FE-SEM, cuando la carga aplicada es de 30 y 100 mN para la fase ortorrómbica.

Comparando las micrografías obtenidas por FE-SEM de las indentaciones realizadas en una muestra oxigenada (fase ortorrómbica) con una no oxigenada (fase tetragonal) se puede apreciar de forma cualitativa la fragilización del material donde aparecen efectos de delaminación producido por el proceso de oxigenación.



a)



b)

Figura 4. Indentaciones obtenidas mediante FE-SEM, para una carga aplicada de 100 mN para la fase a) tetragonal y b) ortorrómbica.

Como se muestra en la tabla 1, los valores de nanodureza para cada una de las fases presentes (Y123 y Y211) pueden ser determinadas cuando la carga aplicada es menor o igual a 10 mN.

Tabla 1. Valores de dureza de la fase tetragonal y ortorrómbica.

Carga (mN)	Fase	H _{Tetragonal} (GPa)	H _{Ortorrómbica} (GPa)
5	Y123	11,9 ± 0,7	8,6 ± 0,4
	Y211	17,9 ± 1,1	16,8 ± 0,1
	Y123/Y211	15,4 ± 0,9	12,4 ± 0,3
10	Y123	10,2 ± 0,7	7,5 ± 0,2
	Y211	17,0 ± 0,9	16,9 ± 0,1
	Y123/Y211	14,8 ± 0,4	10,5 ± 0,2
30	Y123/Y211	8,3 ± 0,2	6,2 ± 0,2
100	Y123/Y211	8,1 ± 0,5	5,8 ± 0,4

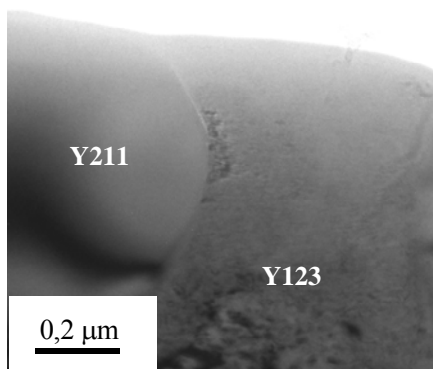
Cuando la carga aplica es menor o igual a los 10 mN, el tamaño de la huella de indentación es inferior al tamaño de los precipitados, tanto para la estructura tetragonal como para la estructura ortorrómbica. Por el contrario, a mayores cargas el tamaño de la huella residual es mayor al tamaño de los precipitados, en este caso únicamente se han podido estudiar el valor de las propiedades mecánicas del composite (Y123+Y211). Los valores de dureza tienden a ir disminuyendo a medida que la carga aplicada aumenta. Este fenómeno, es debido principalmente a la contribución de los defectos superficiales del plano cristalográfico de estudio (dislocaciones, maclas, etc) tanto mayor cuanto más grande es la superficie a estudiar.

La tabla 1, nos muestra que el material de estudio es más frágil cuando se encuentra en estructura ortorrómbica. Este fenómeno, es debido a que hemos tensionado el material y facilitado la propagación de microgrietas. Centrándonos, únicamente la estructura ortorrómbica, se puede observar que los valores de dureza son prácticamente constantes para la fase Y211 y que disminuyen para la fase Y123. Para cargas superiores a los 30 mN se aprecia una estabilización de la dureza, manteniéndose la tendencia de que $H_{\text{Tetragonal}} > H_{\text{Ortorrómbica}}$. Para poder apreciar el efecto de la fractura durante la oxigenación, se deben de aplicar cargas inferiores a los 10 mN, ya que se puede observar una clara diferencia entre los distintos valores de H obtenidos. Además, se observa que los valores de dureza para la fase Y211 son aproximadamente el doble que los valores de la fase Y123, únicamente para la estructura oxigenada (Ortorrómbica).

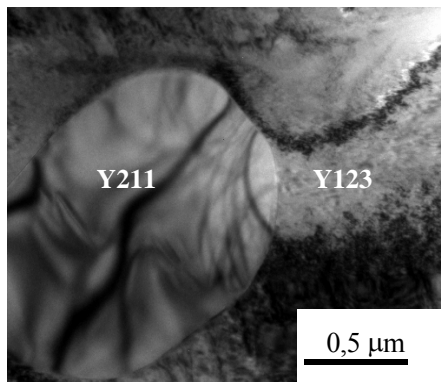
Como se puede observar en la tabla 1, los valores de dureza del composite se tienden a estabilizar a valores de 8,1 y 5,8 GPa, para la estructura tetragonal y ortorrómbica respectivamente. Los valores de dureza para la estructura tetragonal son similares a los aportados por Lim et al. [11] y por Roa et al. [12]. Por el contrario los valores de dureza para la estructura

ortorrómbica son similares a los aportados por Verdyan et al. [13].

En la figura 5, muestra dos micrografía TEM; cada una de ellas para una de las estructuras de estudio. Como se puede observar en la figura 5a, esta corresponde a una estructura tetragonal y no presenta prácticamente defectos superficiales. Por el contrario, la figura 3b, presenta la típica estructura de una muestra de YBCO oxigenada. Éste, presenta un aumento de la densidad de dislocaciones, también se puede observar una microgrieta que bordea el precipitado, para la fase ortorrómbica. En la figura 5b, incluso se puede observar una partícula de la fase Y211, en su interior se observa una acumulación de tensiones residuales producidas durante el proceso de solidificación.



a)



b)

Figura 5. Defectos superficiales obtenidos mediante TEM "CM30" en el plano cristalográfico de máxima anisotropía; a) fase tetragonal y b) fase ortorrómbica.

El aumento de volumen sufrido por la celda del Y123 durante la transición de fase provoca esfuerzos de tracción en el interior del material que se traducen en la generación de microgrietas paralelas al plano ab tal y como se puede observar en la figura 6.

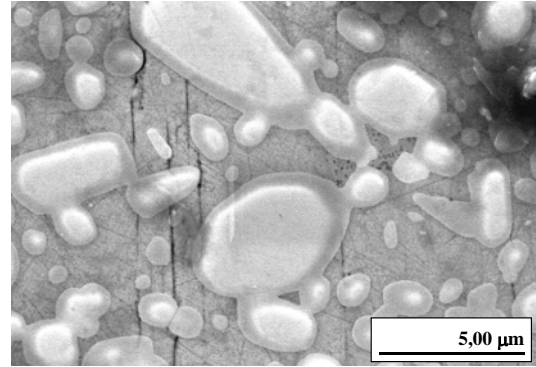


Figura 6. Micrografía obtenida por SEM después de realizar el ataque químico del plano ab (fase Ortorrómbica).

4. CONCLUSIONES

El proceso de enfriamiento de las muestras de YBCO en fase tetragonal desde temperatura peritética ($\approx 1010^\circ\text{C}$) hasta temperatura ambiente produce la generación de las macrogrietas.

Durante el proceso de oxigenación el incremento de volumen sufrido por la celda de la fase Y123 durante la transición de fase provoca esfuerzos de tracción dentro del material que se traducen en la generación de microgrietas.

La técnica de nanoindentación nos permite a partir de los valores de dureza conocer el grado de oxigenación en nuestro material.

Se ha observado experimentalmente que los valores de dureza de la fase tetragonal son mayores que la de la ortorrómbica. Esto es debido a que se generan microgrietas provocando la fragilización del material, durante la oxigenación del mismo.

AGRADECIMIENTOS

Los autores desean agradecer el presente trabajo al Centre de Referència en Materials Avançats per a l'Enginyeria (CeRMAE, Generalitat de Catalunya) por el soporte económico y J. J. Roa quiere agradecer a la Agència de Gestió d'Ajuts Universitaris i de Recerca (AGAUR) por la beca FI otorgada en Septiembre de 2007. A los Serveis Cientifictècnics (Universidad de Barcelona) por los valores obtenidos de AFM, SEM y TEM.

REFERENCIAS

- [1] A. T. Rowley, R. Wroe, D. Vázquez-Navarro, W. Lo and D. A. Cardwell, *Microwave-assisted oxygenation of melt-processed bulk $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$ ceramics*, *Journal of Materials Science*, 32 (1997) pp. 4541-4547.

- [2] D. Isfort, X. Chaud, R. Tournier and G. Kapelski, *Cracking and oxygenation of YBaCuO bulk superconductors: application to c-axis elements for current limitation*, *Physica C*, 390 (2003) pp. 341-355.
- [3] Sandiumenge F, Piñol S, Obradors X, Snoeck E and Roucau C, *Microstructure of directionally solidified high-critical-current YBa₂Cu₃O₇ - Y₂BaCuO₅ composites*, *Physical Review B*, 50 (1994) pp. 7032-7045.
- [4] R. J. Cava, A. W. Hewat, E. A. Hewat, B. Batlogg, M. Marezio, K. M. Rabe, J. J. Krajewski, W. F. Peck and L. W. Rupp, *Structural anomalies, oxygen ordering and superconductivity in oxygen deficient barium yttrium copper oxide (Ba₂YCu₃O_x)*, *Physica C: Superconductivity and Its Applications*, 165(5-6) (1990) pp. 419-433.
- [5] S. J. Rothman, J. L. Routbort, U. Welp and J. E. Bajer, *Anisotropy of oxygen tracer diffusion in single-crystal yttrium barium copper oxide (YBa₂Cu₃O_{7-δ})*, *Physical Review B: Condensed Matter and Materials Physics*, 44 (1991) pp. 2326-2333.
- [6] N. Güçlü, U. Kölemen, O. Uzun and S. Çelebi, *Work of indentation approach for investigation of mechanical properties of YBCO superconductor at cryogenic temperatures*, *Physica C*, 433 (2005) pp. 115-122.
- [7] Oliver W and Pharr G, *An improved technique for determining hardness and elastic modulus using load and displacement sensing indentation experiments*, *Journal of Materials Research*, 7 (1992) pp. 1564-1583.
- [8] Serradilla I. G., Calleja A., Capdevila X. G., Segarra M., Mendoza E., Teva J., Granados X., Obradors X. and Espiell F, *Synthesizing the Y-123/Y-211 composite by the PVA method*, *Superconductor Science and Technology*, 15 (2002) pp. 566-571.
- [9] Delamare M. P., Walter H., Birnbaum B., Leenders A. and Freyhardt H. C., *Characterization of natural and artificial low-angle boundaries in YBCO TSMG samples*, *Physica C: Superconductivity and Its Applications*, 329 (2000) pp. 160-177.
- [10] Mendoza E., *Tesis Doctoral, Obtenció i caracterització de ceràmiques texturades de YBCO per l'aplicació de limitació de corrent*, (2002). Departament de Física Aplicada, Universitat de Barcelona.
- [11] Lim Y. Y. and Chaudhri M. M., *Nanohardness mapping of the curved surface of spherical macroindentations in fully annealed polycrystalline oxygen-free copper*, *Physica Status Solidi A: Applied Research*, 194 (2002) pp.19-29.
- [12] Roa J. J., Capdevila X. G., Martínez M., Espiell F. And Segarra M., *Nanohardness and Young's modulus of YBCO samples textured by the Bridgman technique*, *Nanotechnology*, 18 (2007) pp. 385701-385706.
- [13] Verdyan A., Soifer Y. M., Azoulay J., Rabkin E. And Kazakevich M., *Nanohardness and Crack Resistance of HTS YBCO Thin Films*, *IEEE Transaction on Applied Superconductivity*, 15 (2005) pp. 3585-3588

COMPORTAMIENTO MECÁNICO DE NUEVOS MATERIALES CEMENTANTES, SOMETIDOS A TEMPERATURAS ELEVADAS

A. Martín¹, J.Y. Pastor¹, A. Fernández-Jiménez², A. Palomo²

¹Departamento de Ciencia de Materiales, Universidad Politécnica de Madrid.
ETSI de Caminos, Canales y Puertos C/ Profesor Aranguren s/n, 28040-Madrid, España.
E-mail: a.martin@upm.es

²Instituto Ciencias de la Construcción Eduardo Torroja (CSIC).
Serrano Gañache 6, 28033-Madrid. España

RESUMEN

En este trabajo se realiza un estudio comparativo del comportamiento mecánico, en función de la temperatura, entre un cemento comercial, utilizado de referencia, y un nuevo material cementante. Como material de referencia se utilizó un cemento Pórtland, y como material cementante, un cemento elaborado con una ceniza volante activada con una disolución de NaOH 8M (sin OPC). Se realizaron dos tipos de ensayos: i) *post-tratamiento térmico*, donde se evaluó la resistencia mecánica residual tras una hora de exposición térmica a diferentes temperaturas (entre 200 y 1000 °C,) y ii) *ensayos mecánicos a alta temperatura*, donde se determinó el comportamiento mecánico y la tenacidad a la fractura entre 25 y 600°C. En ambos casos los resultados mostraron que el nuevo material cementante presenta un comportamiento mecánico a altas temperaturas mejor que el cemento Pórtland de referencia. También se realizó un análisis mediante ATD y TG, con el fin de analizar la evolución mineralógica y microestructural que sufre el material como consecuencia de la temperatura. Los resultados de estos ensayos se correlacionaron con el comportamiento mecánico obtenido.

ABSTRACT

This paper has conducted a comparative study to high temperatures between commercial cement (a Portland cement was used as reference) and a new cement material. This new cement was produced with fly ash activated using a dissolution of NaOH 8M (without OPC). It was carried out two types of tests: i) *post-heat treatment*, which evaluated the mechanical strength after an hour of thermal exposure at different temperatures (between 200 °C and 1000 °C) and ii) *mechanical testing at high temperature*, where the strength and the fracture toughness between 25 and 600 °C was determined. The results for both kinds of tests were consistent; the new material shows a better mechanical behaviour at high temperatures better than Portland cement. It was also performed an ATD and a TG analysis in order to determine the mineralogical and microstructural evolution of both cements with the temperature. The results were correlated with the observed mechanical behaviour.

PALABRAS CLAVE: cementos alcalinos, ceniza volante, comportamiento mecánico, alta temperatura.

1. INTRODUCCIÓN

En el mundo globalizado en el que vivimos es una necesidad inminente reducir el consumo de energía y las emisiones de gases contaminantes en todos los procesos industriales. Una fracción apreciable de ese gasto energético y de la generación de emisiones se debe a la fabricación de cemento. Esto ha llevado a la búsqueda de nuevos materiales, denominados cementos alcalinos [1,4], y dentro de esta denominación se encuentran los cementos de cenizas volantes activadas alcalinamente, (FAN), que han sido estudiados en este trabajo.

La ceniza volante es un polvo fino de partículas principalmente de forma esférica y cristalina, procedentes del carbón pulverizado quemado, las cuales poseen propiedades puzolánicas y que principalmente están compuestas de SiO₂ y Al₂O₃ (UNE 197-1) [5].

Estas cenizas volantes pueden ser activadas con medios fuertemente alcalinos entre 60 y 80 °C, dando lugar a la formación de un material polimérico con una excelente resistencia mecánica. Estas pastas [6] presentan unas condiciones óptimas de procesado con bajas relaciones líquido/sólido (inferiores a 0,3).

Las cenizas volantes más utilizadas son las silicoaluminosas. Su composición consiste en 40-60% de sílice y 20-30% de alúmina, mientras que el contenido de hierro varía de unas cenizas a otras. Estas cenizas están compuestas predominantemente por una fase vítrea y una fase cristalina muy pequeña. Desde el punto de vista mineralógico y microestructural cuanto mayor es el contenido de fase vítrea, mayor es la capacidad de la ceniza de ser activada. La termodinámica y cinética de los procesos de activación están íntimamente relacionadas con el contenido en fase vítrea afectando a la cantidad de aluminosilicatos disueltos en un medio alcalino y a la velocidad de dicha disolución [7].

En este trabajo se analiza el comportamiento mecánico, en condiciones de alta temperatura, de unas cenizas volantes activadas alcalinamente y de un cemento Pórtland de referencia,

2. PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL

2.1 .Materiales

Como material de referencia se utilizó un cemento Pórtland (denominado CEM de ahora en adelante), y como material cementante (denominado FAN de ahora en adelante)se ha utilizado una ceniza volante silicoaluminosa procedente de la central térmica de Puente Nuevo (Córdoba, España), y un cemento comercial Tipo CEM I 52.5 N/SR. En la tabla I aparece la composición de dichos materiales. Como se puede ver la ceniza volante se caracteriza por presentar un contenido en fase vítrea del 63% aproximadamente y un 45,05% de sílice reactiva. En las pastas de ceniza volante se utilizó como activador una disolución de hidróxido sódico (NaOH) 8M y una relación NaOH/ceniza = 0,25; mientras que en las pastas de cemento se utilizó la relación agua/cemento = 0,27 en masa.

El régimen de curado para las pastas de cemento fue de 20 horas a temperatura ambiente en la cámara de curado ($22\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 1\text{ }^{\circ}\text{C}$ y 98% humedad). A continuación las muestras se desmoldaron y se guardaron en la cámara de curado durante 28 días, procediéndose a continuación a realizar los ensayos de rotura.

Las pastas de ceniza se curaron inicialmente durante 4 horas a $50\text{ }^{\circ}\text{C}$ y una humedad relativa >90%. A

continuación se desmoldaron y se curaron otras 16 horas a $85\text{ }^{\circ}\text{C}$ y humedad relativa >90%. Las condiciones de curado se seleccionaron basándose en estudios previos [8,10], en los que se analizó la influencia de la temperatura de curado para que estos materiales endurezcan en tiempos tecnológicamente viables.

Para la caracterización mecánica de realizaron dos tipos de ensayos:

1. *Ensayos mecánicos a alta temperatura*, que se llevaron a cabo sobre muestras prismáticas de 8x4x50 mm. En este caso se determinó la resistencia a compresión, la resistencia a flexión y la tenacidad de fractura –en los dos últimos casos mediante ensayos de flexión en tres puntos– a varias temperaturas entre 25 y 600 $^{\circ}\text{C}$. No se realizaron ensayos a temperaturas superiores pues se producía deformaciones muy elevadas o la rotura espontánea de la probeta durante el calentamiento. Para realizar los ensayos se utilizó una máquina Instron modelo 4505, sobre la cual se instaló un horno que permitió realizar los ensayos mecánicos a alta temperatura. La medida del desplazamiento de la cruceta durante los ensayos se realizó con un extensómetro LVDT ($\pm 1\text{ }\mu\text{m}$ de resolución) situado fuera del horno. La velocidad de calentamiento de las probetas fue de 4 $^{\circ}\text{C}/\text{min}$ (a fin de evitar la aparición de gradientes térmicos que causasen la rotura prematura de las probetas). Una vez alcanzada la temperatura de consigna, se esperó 30 minutos con el fin de estabilizar la temperatura, tras o cual se realizó el ensayo.
2. *Ensayos post-tratamiento térmico*, en los que se utilizaron muestras prismáticas de 19x10x60 mm para ambos materiales. En cada ensayo el horno se calentó a la temperaturas de consigna (200, 400, 600, 800 y 1000 $^{\circ}\text{C}$), tras lo cual se introdujo la muestra en el mismo, manteniéndola durante una hora a esa temperatura. Transcurrido este tiempo se sacó la muestra del horno y se dejó enfriar bruscamente a temperatura ambiente. A continuación, se procedió a evaluar a temperatura ambiente la resistencia mecánica residual mediante ensayos de flexión en tres puntos y de compresión. Estos ensayos se realizaron en una prensa Ibertest, a una velocidad de carga de 2,4KN/S de acuerdo con la norma EN 196-1.

	Perdida al fuego	SiO ₂	Al ₂ O ₃	Fe ₂ O ₃	MgO	CaO	SO ₃	Na ₂ O	K ₂ O	Residuo insoluble
Cenizas Activadas	2,19	54,42	26,42	7,01	1,79	3,21	0,01	0,59	3,02	0,78
Cemento Portland	2,55	20,06	6,18	2,26	0,18	62,50	2,81	0,27	0,73	0,74

Tabla 1. Composición de los materiales determinada por análisis químico.

La resistencia a flexión en tres puntos se calculó aplicando la teoría de vigas de Bernouilli [11], y la tenacidad de fractura con la ecuación generalizada para vigas entalladas dada por Guinea *et al.* [12].

3. RESULTADOS Y DISCUSIÓN.

En las figuras 1 y 2 se muestran los resultados de las resistencias a flexión y compresión de ambos materiales en función de la temperatura.

Tanto en los ensayos de flexión como en los de compresión el cemento Pórtland de referencia presenta una buena resistencia a temperatura ambiente, pero a medida que aumenta la temperatura la resistencia mecánica disminuyen drásticamente; la resistencia a flexión queda reducida al 20% de la inicial a 600 °C. Esta disminución es más clara, y ocurre a temperaturas inferiores, en el ensayo a flexión debido a que este ensayo es más sensible a la presencia de defectos o de daño introducido en el material.

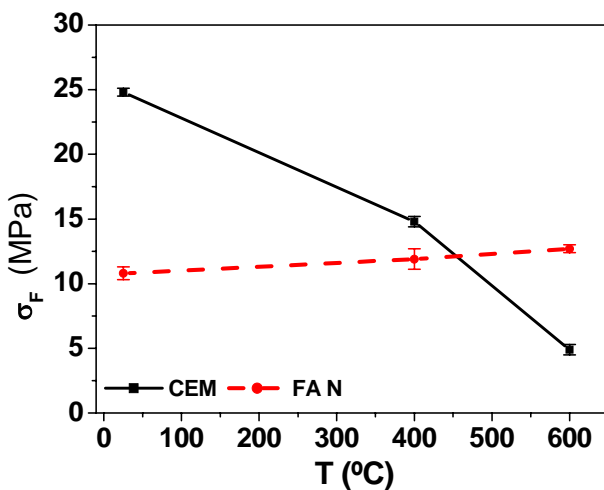


Figura 1. Resistencia a flexión en función de la temperatura.

Por contra, para el cemento obtenido a partir de cenizas activadas la resistencia a flexión apenas cambia con la temperatura (sufre un ligero incremento), mientras que sorprendentemente la resistencia a compresión aumenta notablemente a partir de 400 °C.

En la figura 3 se pueden ver los resultados obtenidos para la tenacidad de fractura para los dos materiales en función de la temperatura. Se observa que ambos cementos presentan valores similares de tenacidad a temperatura ambiente, pero mientras para el cemento de referencia se degrada a partir de 400 °C, reduciendo su tenacidad casi a la mitad a 600 °C, para el cemento obtenido a partir de cenizas activadas la tenacidad se mantiene constante hasta los 600 °C.

Las figuras 4 y 5 muestran la evolución de los valores residuales de la resistencia mecánica a flexión, σ_{FR} , y a compresión, σ_{CR} , a temperatura ambiente tras haber expuesto a las muestras durante una hora a distintas temperaturas (desde 200 hasta 1000 °C), y enfriadas bruscamente, *ensayos post-tratamiento térmico*. Estos valores se muestran normalizados a los valores respectivos de resistencia a flexión, σ_{F0} , y a compresión, σ_{C0} , a temperatura ambiente con el fin de mostrar más claramente la degradación del material tras su exposición a alta temperatura.

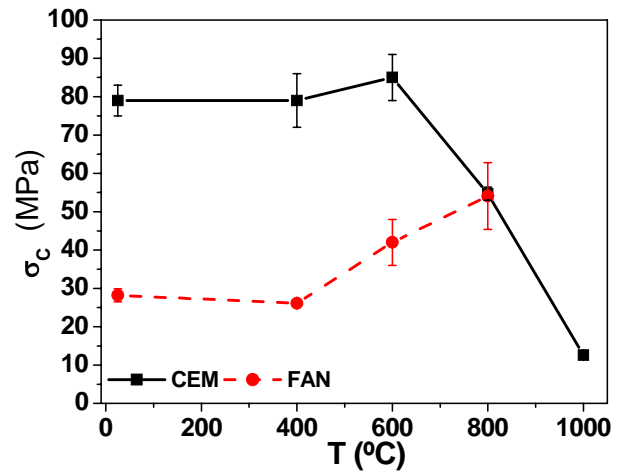


Figura 2. Resistencias a compresión en función de la temperatura.

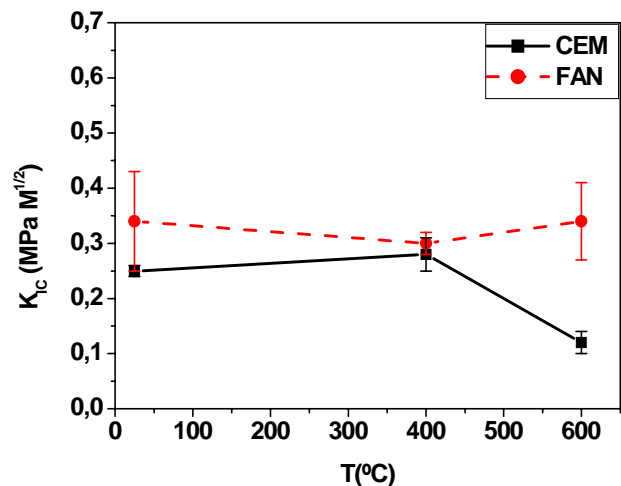


Figura 3. Tenacidad a la fractura en función de la temperatura.

En la figura 4 podemos observar que la resistencia a flexión residual para el cemento Pórtland sufre una caída constante conforme aumenta la temperatura. Esta caída llega a ser del 33% a 400 °C. A partir del tratamiento a 600 °C se encuentra que este cemento muestra una resistencia flexión residual prácticamente despreciable. Por otro lado, en el cemento obtenido a

partir de cenizas volantes la resistencia a flexión residual se mantiene constante tras el tratamiento a 400 °C, mientras que para tratamientos térmicos a temperaturas superiores la resistencia a flexión residual cae a la tercera parte de la inicial. No obstante, este valor se mantiene incluso tras los tratamientos a 100 °C y resulta ser muy superior al del cemento convencional.

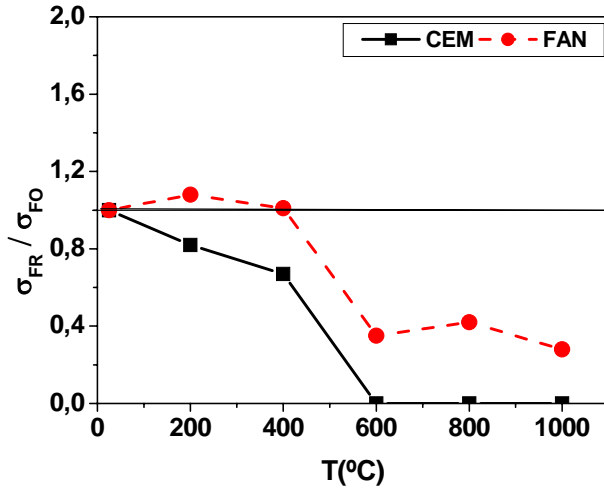


Figura 4. Evolución de la resistencia a flexión residual en los ensayos post-tratamiento térmico, tras una hora a distintas temperaturas.

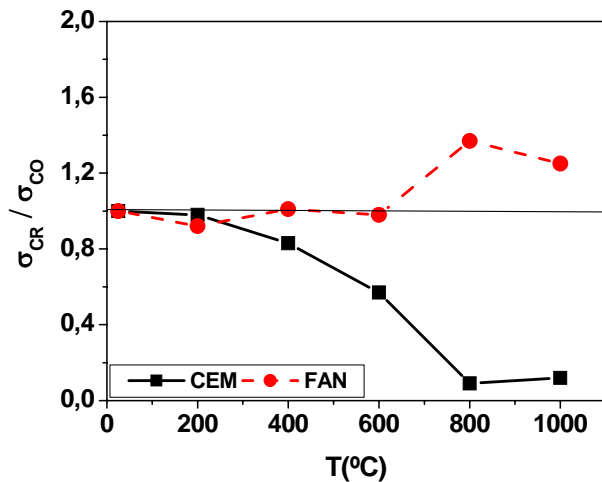


Figura 5. Evolución de la resistencia a compresión residual en los ensayos post-tratamiento térmico, tras una hora a distintas temperaturas.

En la figura 5 se observa como en el cemento Pórtland de referencia la resistencia a compresión residual disminuye a medida que aumenta la temperatura de tratamiento, haciéndose prácticamente nula para temperaturas por encima de 800 °C. Este comportamiento contrasta con el observado para el material obtenido a partir de cenizas activadas, ya que en este caso la resistencia a compresión residual se mantiene prácticamente constante (de hecho se registra

un ligero aumento entre 800 y 1000 °C), independientemente de la temperatura a la que se realice el tratamiento térmico.

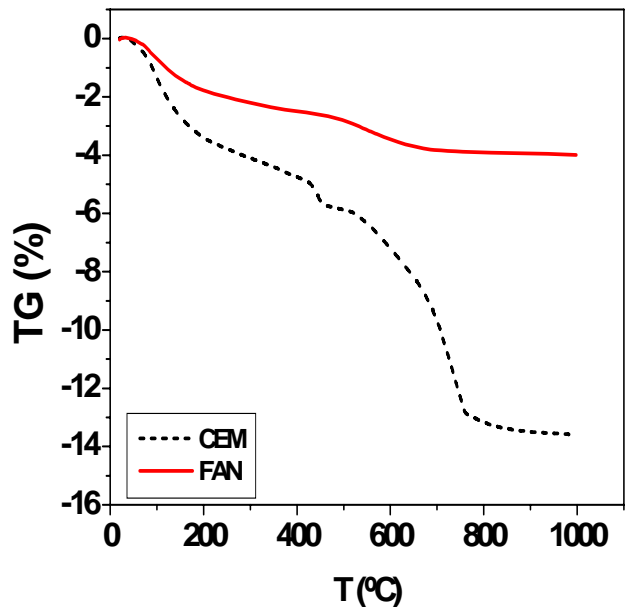
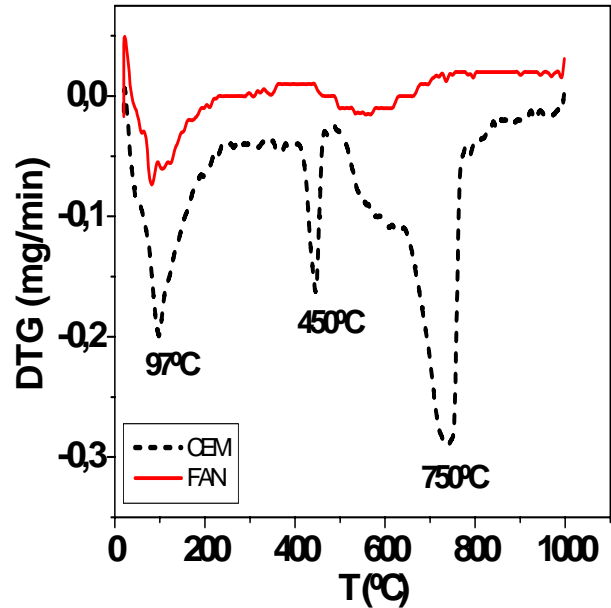


Figura 6. Curvas de DTG y TG de las muestras de CEM y FAN que muestran la pérdida de masa (absoluta y relativa respectivamente) con el aumento de la temperatura

En la figura 6 se muestran los resultados obtenidos al analizar los materiales de trabajo por TG (termogravimetría) y DTG (termogravimetría diferencial). Para las muestras de las pastas de cemento Pórtland en la curva de DTG se aprecia la presencia de tres picos en torno a 97, 450 y 750 °C, respectivamente asociados a las reacciones de deshidratación del silicato cálcico hidratado, descomposición del $Ca(OH)_2$ y del $CaCO_3$ [13, 14]. Estas transformaciones van acompañadas de

considerables pérdidas de peso, tal como se ve en la curva TG (Figura 6).

En la curva DTG para la ceniza activada se detecta la presencia de varios picos de baja intensidad. El primero es endotérmico, a temperatura entre 80-85 °C, y es consecuencia de la pérdida de agua en un proceso de deshidratación. La siguiente transformación microestructural ocurre entre 500-700 °C, donde primero aparece un hombro endotérmico, seguido de un proceso exotérmico y otro hombro endotérmico. Esta transformación es posiblemente la responsable de la degradación de las propiedades mecánicas del cemento FAN a partir de 600 °C, ya que esta segunda transformación habitualmente se asocia a la formación de una fase sinterizada que da lugar a fases vítreas de comportamiento viscoso.

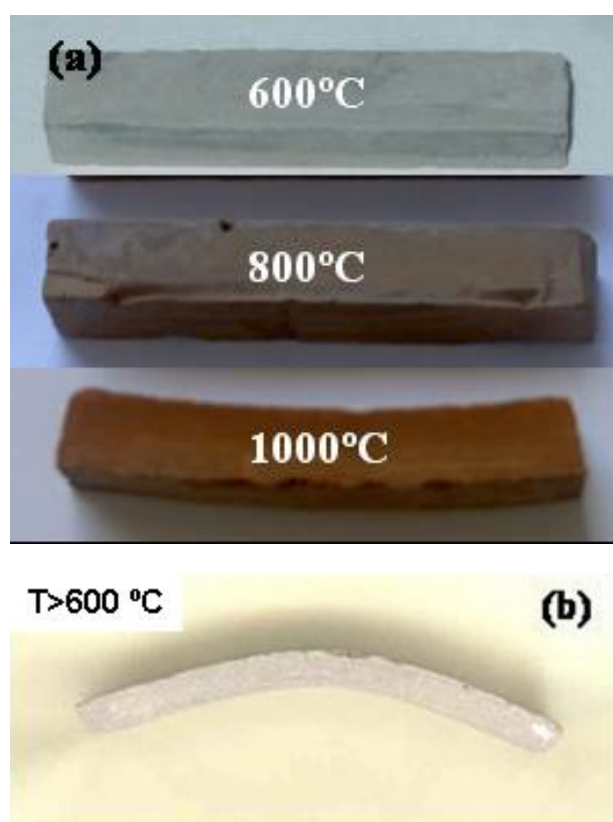


Figura 7. Aspecto físico del material FAN tras el tratamiento térmico: (a) según el ensayo 1 y (b) tras ser expuesta bajo carga de 4 N a temperaturas superiores a los 600 °C.

Serñía esta fase la responsable del comportamiento plástico que se muestra en la figura 7 (a y b). Esta fase vítrea podría dar lugar a un comportamiento plástico local inicialmente, rellenando grietas y poros, dando lugar a una matriz más compacta donde quedan embebidas tanto las partículas de ceniza que no han reaccionado como las fases cristalinas de naturaleza zeolítica formadas. Esto justificaría el incremento de tenacidad y resistencia mecánica, sobre todo en compresión, observado a temperaturas superiores a 500-

600 °C. Por otro lado permite entender la rápida degradación del material a partir de 600 °C, cuando la plasticidad se generaliza y el material se deforma con apenas carga aplicada.

Por otro lado, para las muestras de cenizas activadas alcalinamente la curva TG (Fig. 6) nos muestra que las pérdidas de peso con la temperatura son considerablemente menores que para el cemento Portland. Esta diferencia es especialmente importante a partir de 450 °C. Esto indica que el material obtenido a partir de cenizas no se descompone fácilmente al ser expuesto a elevadas temperaturas, y conduce a pensar que posee una estabilidad térmica significativamente superior a la del cemento Portland [15]. Este punto puede ser la clave para explicar el comportamiento diferencial observado entre los dos materiales a alta temperatura. Así, mientras las propiedades mecánicas del cemento Portland se degradan rápidamente a alta temperatura, debido a la degradación del material (tal y como muestra la Figura 6), el material obtenido a partir de cenizas mantiene sus prestaciones mecánicas hasta 600 °C debido a que la degradación estructural es mucho menos intensa, y mantiene hasta mayores temperaturas su integridad microestructural.

4. CONCLUSIONES

El cemento obtenido a partir de cenizas volantes analizado presenta un comportamiento mecánico a temperatura ambiente peor que el cemento Portland de referencia. Sin embargo, sus propiedades mecánicas se mantienen o mejoran entre 25 y 600 °C, intervalo en el cual las propiedades mecánicas del cemento comercial se degradan rápidamente. Como consecuencia el cemento modificado con cenizas volantes muestra mejores prestaciones mecánicas en condiciones de alta temperatura que el de referencia, y mayor resistencia residual tras su exposición a alta temperatura.

No obstante, la aparición de fases vítreas a partir de 500 °C da lugar a la aparición de fenómenos de locales de plasticidad, que se terminan generalizando para temperaturas superiores de 600 °C. Esto causa una muy rápida degradación del material limitando su utilización sólo a aquellos casos en los que el material no necesite soportar cargas a temperaturas cercanas o superiores a los 600 °C.

5. AGRADECIMIENTOS

Este trabajo ha sido financiado por el Ministerio de Educación y Ciencia de España en virtud de los proyectos BIA2004-04835, MAT2006-13005-C03-02 y MAT2007-29278-E, por la Dirección General de Universidades de la Comunidad de Madrid a través del programa ESTRUMAT-CM (convenio S-0505/MAT/0077, y por el CSIC cofinanciando el contrato social europeo I3P-PC2004L.

6. REFERENCIAS

- [1] Krivenko, P.V. "Alkaline Cements". *First International Conference about Alkaline Cements and Concretes*, Vol.1, Theme I-1, Kiev. Ukraine, pp 12-129, 1994.
- [2] Wand, S.D., Pu, X.C., Scrivener, K.L., Pratt, P.L. "Alkali-Activated Slag: a review of Properties and Problems". *Cement and Concrete*. Vol 17, nº 27, pp 93-102, 1995.
- [3] Glukhovsky, V.D. "Ancient, Modern and Future Concretes". *Proceedings of the First International Conference on Alkaline Cements and Concretes*. 1994.
- [4] Skurchinskaya, J.V., "Progress in alkaline cements". *Proc. Of the 1st Intern. Conf. on alkaline cements and concretes* Vol.1. Kiev. pp 271-298, 1994.
- [5] UNE-EN 197-1: *Cemento. Cementos communes. Composición, especificaciones y criterios de conformidad*.
- [6] Palomo, A., Grutzeck, M.W., Blanco, M.T. Alkali-Activated fly ashes a cement for the future. *Cement and Concrete Research*, Vol 29, pp 1323-1329, 1999.
- [7] Fernández-Jiménez, A., Palomo, A., Characterisation of fly ashes. Potential reactivity as alkaline cements. *Fuel* 82, pp 2259-2265, 2003.
- [8] Palomo, A., Alonso, S., Fernández-Jiménez, A., Sobrados, I., Sanz, J. Alkaline activation of fly ashes: NMR study of the reaction products. *J. Am. Ceram. Soc.*, 87 (6), pp 1141-11445, 2004.
- [9] Fernández-Jiménez, A., Palomo, A., Sobrados, I., Sanz, J. The role played by the reactive alumina content in the alkaline activation of fly ashes. *Microp. Mesop. Mat.* 91, pp 111-119, 2006.
- [10] Kovalchuk, G., Fernández-Jiménez, A., Palomo, A. Alkali-activated fly ash: Effect of thermal curing conditions on mechanical and microstructural development. Part II. *Fuel*, 86, pp 315-322, 2007.
- [11] Timoshenko S.P., *Strength of Materials*, 3d ed., part II, pag.169, D. Van. Nostrand Company, Inc., Princeton, New Jersey, 1956
- [12] G. Guinea, J.Y. Pastor, J. Planas and M. Elices, *Int. J. Fracture*, 89,103-116, 1998.
- [13] Taylor, H.F.W., "*Cement Chemistry*" 2nd ed., Thomas Telford, pp 134, 1997.
- [14] Lea's "*Chemistry of Cement and Concrete*" 4th ed. Arnold London pp 134, 1998.
- [15] Chandrasekhar, S., Pramada, P.N., "Sintering behaviour of calcium exchanged low silica zeolites synthesized from kaolin". *Ceramics International*, 27, pp-105-114, 2001.

ESTUDIO DE LA SUPERFICIE DE FRACTURA DE PROBETAS DE GRC ENSAYADAS A TRACCIÓN

A. Enfedaque, V. Sánchez Gálvez

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.
aenfedaque@mater.upm.es
vsanchez@mater.upm.es

RESUMEN

El GRC (Glassfiber Reinforced Cement) es un material compuesto de matriz cementícea reforzado con fibras de vidrio cortadas y dispuestas al azar en dos dimensiones. A edades tempranas, el material presenta una resistencia a tracción y una ductilidad mayor que la del mortero sin reforzar. Sin embargo, el GRC presenta una grave pérdida de propiedades mecánicas con la edad. Numerosas investigaciones han tratado de resolver el problema mediante adiciones de humo de sílice, puzolanas, resinas acrílicas, etc.

Se ha estudiado este fenómeno mediante la realización de una campaña de ensayos de tracción hasta rotura sobre probetas rectangulares de GRC joven, y de GRC envejecido mediante inmersión en agua a 50°C durante 40, 80 y 120 días, empleando diferentes formulaciones de GRC. Una vez realizados los ensayos se ha llevado a cabo un estudio de la microestructura de las superficies de fractura mediante microscopía electrónica de barrido. Mediante el estudio de las fractografías realizadas se ha llegado a la conclusión de que la adición de metacaolín en la composición modifica la microestructura permitiendo que un mayor número de fibras sean arrancadas y no fracturadas, mejorando las propiedades del material. Así mismo se comprueba cómo el proceso de degradación de las fibras se produce principalmente durante edades tempranas estabilizándose para los casos de probetas envejecidas durante 80 y 120 días.

ABSTRACT

GRC is a composite material produced by the union of a cement mortar matrix and chopped glass fibers randomly sprayed in two directions. When the material is young it has greater tensile strength and greater ductility than the plain cement mortar. However GRC losses its mechanical properties with time. Many investigations have tried to solve this problem by adding chemical products to the mortar paste such as Silica fume, pozzolans or Acrylic resins.

This phenomenon has been studied by performing a tensile test programme on rectangular samples of young GRC, and on GRC samples aged by immersion in hot water at 50 °C during 40, 80 and 120 days using different GRC's formulations. Once the tests have been carried out, a microstructural analysis has been made using a Scanning Electronic Microscope. Studying the pictures, it can be concluded that the reduction of mechanical properties of GRC with time can be reduced by adding metakaolin to GRC's formulation. Metakaolin changes GRC's microstructure enabling more fibers to be pulled-out from the matrix instead of broken in aged GRC. There are evidences that show that the main degradation of glass fibers happens mainly during GRC early ages being more stable for samples aged 80 and 120 days.

PALABRAS CLAVE: GRC, fractografías, envejecimiento acelerado

1. INTRODUCCIÓN

El GRC es un material que está formado por la unión de dos materiales con propiedades totalmente diferentes: mortero de cemento y fibras de vidrio cortadas y proyectadas aleatoriamente junto con el mortero en dos dimensiones [1]. La unión de los dos materiales nos proporciona un material que reúne las mejores propiedades de ambos y que mejoran las propiedades individuales de cada uno. En el caso del mortero de cemento la inclusión de fibras de vidrio mejora la ductilidad del mismo y la resistencia a tracción; así como la presencia de mortero de cemento mejora los problemas de esbeltez que pueden aparecer cuando se comprimen las fibras de vidrio. Por lo tanto cuando

tenemos la unión de ambos materiales lo que se obtiene es un material que tiene una resistencia a tracción y ductilidad mayor que el mortero de cemento y que tiene también una resistencia a compresión alta ya que la que proporciona el mortero de cemento no se ve reducida por la inclusión de las fibras de vidrio [2].

Por lo tanto con la unión de estos materiales tenemos un compuesto de cemento el cual se caracteriza por las buenas propiedades mecánicas y que no necesita armaduras. Esto nos da un material que tiene una versatilidad de diseño enorme ya que se pueden lograr elementos con casi cualquier forma con espesores de alrededor de 10 mm.

Las propiedades anteriormente citadas sufren cambios con el paso del tiempo. Esto ha sido comprobado en

estudios anteriores [3-6]. Los cambios en el comportamiento del material son graves ya que se pasa de un material con una ductilidad alta a un material frágil en el que se ha reducido también la resistencia a tracción. Numerosos estudios han hallado que es la corrosión de la fibra de vidrio debido al entorno altamente alcalino en el que se encuentra la razón principal que se tiene para el cambio de propiedades del material. [7]. Para solucionar este problema se llevo a cabo el desarrollo de fibras de vidrio realizadas con nuevas formulaciones resistentes a la corrosión alcalina, estas fibras fueron denominadas fibras de vidrio AR (Álcali Resistant). Sin embargo los efectos perniciosos del paso del tiempo en el comportamiento del compuesto siguieron presentándose.

Para intentar reducir los efectos de la alcalinidad en las fibras de vidrio se ha realizado GRC en cuya formulación se han incluido diferentes adiciones [8-9]. Sin embargo los resultados que se obtuvieron mostraban grandes dispersiones en función de las adiciones empleadas y las proporciones en las que estas se incluían en las formulaciones.

Para confirmar los efectos citados se ha realizado una campaña de ensayos de GRC con formulaciones modificadas y se ha realizado una serie de ensayos de tracción y fractografías para comprobar los efectos de las adiciones en la microestructura del material.

2. PLAN DE ENSAYOS

Para confirmar e intentar analizar los mecanismos que provocan el comportamiento del GRC envejecido se ha realizado una campaña de ensayos de tracción con GRC realizado con 5 formulaciones de cemento en la que se han incluido 3 adiciones. Las adiciones que se han empleado son: humo de sílice, metacaolín y resinas acrílicas. Las cantidades que se han empleado son las que aparecen en la tabla 1.

Tabla 1. Formulaciones de morteros de cemento

	Cemento	Arena	Agua	plastificante	Adición
Control	50 Kg.	50 Kg.	20.l	0.5 litros	-----
Metacaolín	50 Kg.	50 Kg.	22.l.	0.5 litros	5 Kg.
Humo sílice 10%	50 Kg.	50 Kg.	23 l.	0.5 litros	5 Kg.
Humo sílice 20%	50 Kg.	50 Kg.	27 l.	0.5 litros	10 Kg.
Acrílicas resinas	50 Kg.	50 Kg.	20 l.	0.5 litros	2 Kg.

Se realizaron con la colaboración de PREINCO S.A. una serie de 10 paneles de 1.2x1.2m y 10 mm. de espesor. De estos paneles se desechó un marco de 5 cm alrededor del contorno para evitar las condiciones de contorno que surgen en la fabricación de los mismos. Una vez eliminada esta parte se realizó el corte de las probetas para los ensayos. Las probetas que se han elegido son rectangulares con unas dimensiones de 300x50 mm. Los ensayos se han realizado a 28 días y a 40, 80 y a 120 días de envejecimiento acelerado mediante inmersión en agua caliente a 50°C.

Para el proceso de envejecimiento con agua caliente nos hemos basado en las investigaciones realizadas con morteros de cemento convencionales y modificados [11] en las que se establecen las equivalencias de tiempo de envejecido entre días de exposición a la intemperie en el Reino Unido y los días sumergidas en agua caliente. Las equivalencias se muestran en la tabla 2.

Tabla 2. Equivalencia envejecimiento acelerado

1 día a ..	días de exposición en RU
80°C	1672
70°C	693
60°C	272
50°C	101

Desde el punto de vista experimental el sistema más sencillo para lograr conseguir un envejecimiento acelerado fue la inmersión de las probetas a la temperatura más baja posible por lo que se mantuvieron las probetas sumergidas a 50 °C durante periodos de 40, 80 y 120 días. Las edades por tanto a las que equivalen estos periodos de envejecimiento son las que se muestran en la tabla 3.

Tabla 3. Equivalencia envejecimiento acelerado

Tiempo de inmersión	Edad material
40 días a 50 °C	11 años
80 días a 50 °C	22 años
120 días a 50 °C	33 años

Se han elegido estos plazos por amoldarse bien tanto al plazo de la investigación como a las edades en las que queremos estudiar la pérdida de propiedades del material real. El periodo que marcan estos años comprende ampliamente la edad dentro de la cual se produce la degradación de las propiedades del GRC

3. REALIZACIÓN DE LOS ENSAYOS

Una vez que se han envejecido las probetas de GRC estas se sacaron de los baños de agua caliente y se almacenaron en una cámara climática a 20 °C y al 98% de humedad. El periodo de almacenamiento que transcurrió entre el envejecimiento y el ensayo de las probetas no fue superior al mes y medio y por lo tanto el envejecimiento adicional que se produjo en la cámara climática en la que se almacenó el material después de estar sumergido en agua caliente se puede considerar despreciable.

Para realizar los ensayos las probetas fueron, como se indicó anteriormente, cortadas con forma rectangular y con unas dimensiones de 300x50 mm. Se recuerda que el espesor medio aproximado de las placas es de 10 mm. El espesor cambia de unas probetas a otras, debido a que el proceso de fabricación de las placas es un proceso manual. Debido a esto se pueden encontrar variaciones del espesor de un par de milímetros dentro de la misma probeta.

El ensayo de tracción simple se realizó en un maquina Instron 8501 la cual tenía montada una célula de carga

de 2.5 toneladas y que sujetaba la probeta con unas mordazas mecánicas.

La instrumentación del ensayo se compone de dos extensómetros dispuestos a los lados de las probetas. Estos tienen una distancia entre cuchillas mayor de lo habitual para aumentar las posibilidades de que la fractura se encuentre en esta zona y por tanto de poder recoger datos de cómo se produce la misma

Los ensayos se han realizado en control de desplazamientos fijando una velocidad de desplazamiento entre las mordazas de 1 mm/minuto.

En la figura 1 se puede ver la disposición de la probeta y del montaje de todos los elementos durante el ensayo

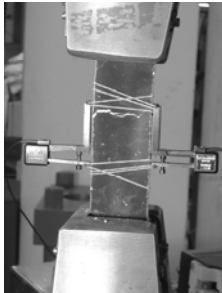


Figura 1. Montaje ensayo tracción

Se puede apreciar en esta foto como la probeta tiene un color negro el cual no es el natural del material. Para poder apreciar de manera más clara las fisuras que se producen en el material se pintó de negro para que las pequeñas fisuras de color claro resaltarán dentro del color negro general de la probeta.

Los ensayos se han realizado hasta la rotura total de las probetas, hasta que las mismas se han separado en dos trozos diferenciados y sin fibras puenteandolos.

4. PREPARACIÓN DE LAS MUESTRAS

Una vez realizados los ensayos se han analizado las superficies de fractura de las probetas para buscar diferencias y analogías entre ellas y para intentar correlacionar el comportamiento del material con sus características micromecánicas. En la figura 2 se muestra el resultado de los ensayos; se puede ver la probeta totalmente dividida en dos trozos bien diferenciados y se muestra también la zona a partir de la cual vamos a obtener las muestras que van a ser observadas en el SEM.

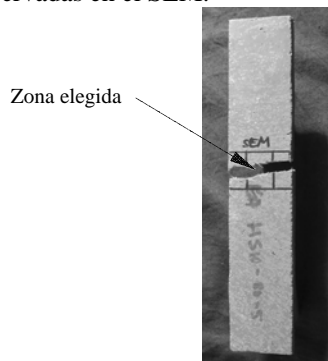


Figura 2 Esquema probeta ensayada

En la figura 2 se puede ver como la zona cercana a la fractura ha sido dividida en tres zonas diferentes. Debido a las limitaciones de espacio que aparecen en el interior del SEM no se ha podido analizar toda la zona de fractura y se ha elegido la zona central de la misma para evitar dentro de lo posible los efectos de borde que han podido aparecer en las zonas laterales de las probetas.

Una vez realizado el corte de las muestras se ha realizado la metalización de las superficies para conseguir su visionado en el microscopio electrónico de barrido. La metalización se ha realizado mediante la deposición de oro en la superficie de fractura.

Después del proceso de metalización se ha realizado la obtención de las fractografías de las diferentes muestras.

5. FRACTOGRAFÍAS OBTENIDAS

Se han conseguido las siguientes micrografías del material joven (figuras 3 y 4).

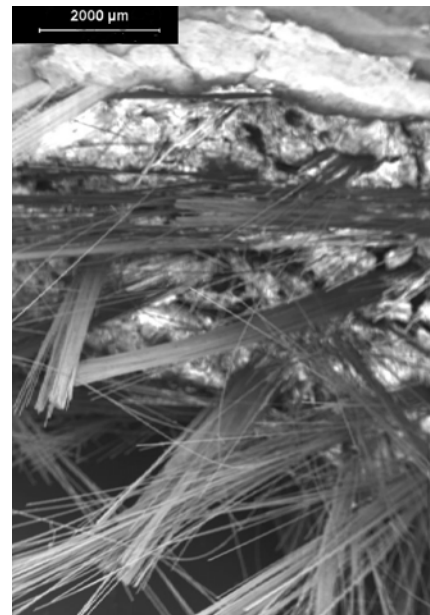


Figura 3. GRC joven sin adiciones

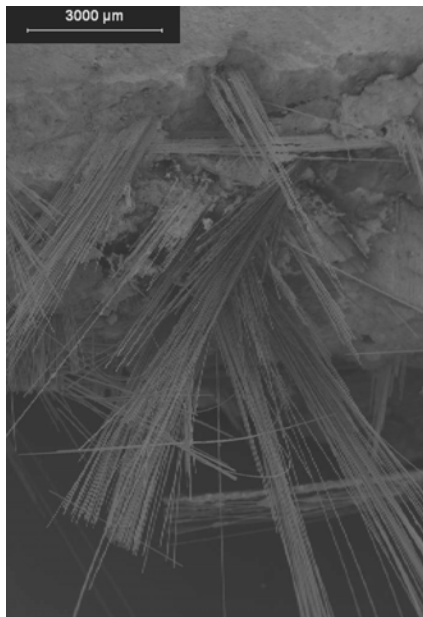


Figura 4. GRC joven con 10% con humo sílice



Figura 5. GRC envejecido 40 días con 20% humo sílice

Se puede ver como la fractura en el material se produce de manera análoga en las figuras 3 y 4. Las imágenes tomadas del resto de formulaciones muestran superficies de fractura con características similares. No se aprecian grandes diferencias ni en el número de fibras rotas ni en la cantidad de fibras arrancadas. Por lo general se puede afirmar que el fallo del material se produce en las zonas en las que hay menos cantidad de fibras o bien en las zonas en las que la matriz tiene un defecto, esto corresponde a zonas donde el material es más débil. Además de esto se puede asegurar que el modo principal de fallo de las fibras es por arrancamiento. Esto es fácilmente comprobable ya que en las fractografías se puede ver como los filamentos de las fibras de vidrio están enteros. También se puede ver en las fractografías como las superficies de fractura son muy abruptas; esto cuadra con las teorías existentes del proceso de fractura del material joven. En estas teorías se afirma que a partir de una zona donde hay una serie de fisuras microscópicas se produce el crecimiento de la fisura pésima. A partir de las microfisuras se produce el crecimiento de las mismas hasta que aparece una zona más resistente, esta zona son las fibras, el crecimiento se detiene y comienza por otra parte. Durante este proceso la carga sigue aumentando. Cuando la carga llega al valor límite de crecimiento de la grieta esta vuelve a empezar a crecer buscando las zonas más débiles del material. Siguiendo este proceso lo que tiene lugar es una búsqueda de las zonas más débiles del material.

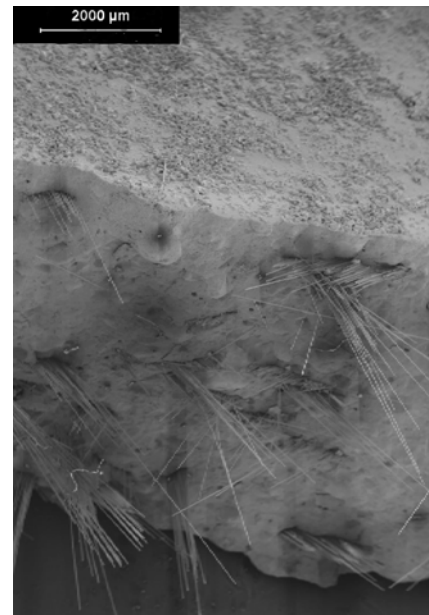


Figura 6. GRC envejecido 40 días con 10% metacaolín

En las figuras 5 y 6 se muestran las fractografías que se han obtenido para las muestras envejecidas 40 días en agua caliente.

La edad equivalente de dichas probetas es de unos 11 años. El modo en el que se ha desarrollado la fisuración en estas probetas es totalmente diferente que en el caso del GRC joven. La topología abrupta de la fractura se ha transformado en una mucho más regular, teniendo pocos entrantes y salientes. Otro aspecto que hay que tener en cuenta es la reducción del número de fibras que se han arrancado del material. La pregunta que surge en este momento es qué ha pasado con las fibras. La respuesta que se obtiene de manera irrefutable de las fractografías en estas se ve que se ha producido la rotura frágil de las fibras. Esto es fácilmente comprobable mirando con atención las figuras anteriores. En estas se puede ver como las fibras que se

han roto son numerosas y como estas están cortadas prácticamente al ras de la superficie de fractura. La única diferencia que existe entre las distintas composiciones casos estudiados es el menor número de fibras rotas en el caso de las muestras realizadas con un 10% de metacaolín.

En el caso de las probetas envejecidas durante 80 días las micrografías se pueden ver en las figuras 7 y 8.



Figura 7. GRC envejecido 80 días con 10% humo sílice

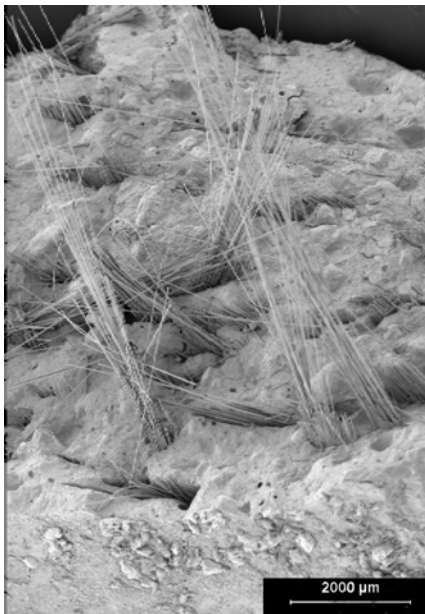


Figura 8. GRC envejecido 80 días con 10% metacaolín

En estas micrografías se vuelven a reproducir las características que ya han sido citadas para los casos de las probetas envejecidas durante 40 días. Las superficies de fractura son aún más regulares. Se ha producido un leve aumento del número de fibras que se han roto. En el caso de las probetas realizadas con metacaolín se confirma la tendencia que se apuntó para el caso de las probetas envejecidas 40 días. Aparece un número menor de fibras rotas que en el resto de los casos, pero

también existe una reducción del número de fibras arrancadas en comparación con las muestras envejecidas 40 días.

Para las probetas envejecidas 120 días se corroboran los fenómenos observados en el GRC envejecido 40 y 80 días. Se puede así también asegurar que los efectos de la presencia de metacaolín en el GRC sigue manteniendo su influencia después de un envejecimiento equivalente a 33 años de exposición a la intemperie ya que el número de fibras que aparecen en la fractografía correspondiente es mayor que en el resto de las composiciones. Esto se puede apreciar observando las figuras 9 y 10.

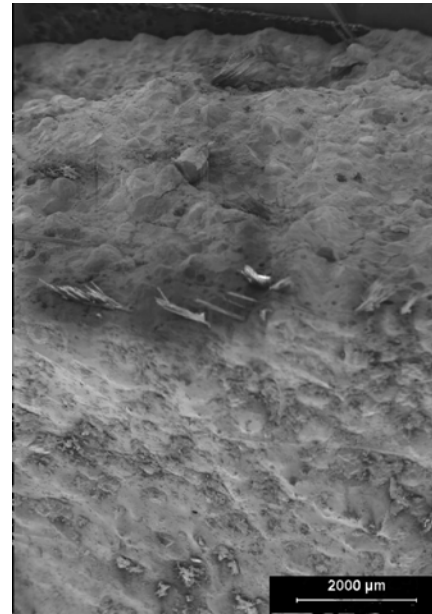


Figura 9. GRC envejecido 120 días con 4% resinas acrílicas

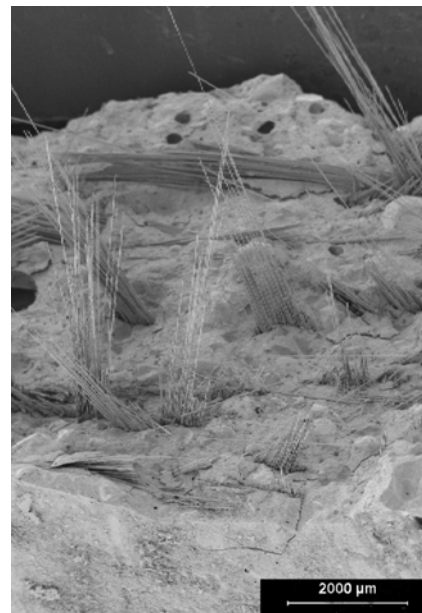


Figura 10. GRC envejecido 120 días con 10% metacaolín

6. CONCLUSIONES Y TRABAJO FUTURO

Las principales conclusiones que se pueden deducir de este estudio se resumen a continuación:

Los resultados que se han obtenido nos permiten asegurar que el metacaolín modifica la estructura del material aumentando el número de fibras arrancadas en un ensayo de tracción en material envejecido.

Las adiciones que se han utilizado tradicionalmente para mejorar el comportamiento del GRC (excepto el metacaolín) no producen diferencias notables en la fractografía del material.

El deterioro de las fibras se produce principalmente durante los primeros 11 años de vida del material.

Las superficies de fractura son más abruptas cuanto más joven es el material y dependen directamente del número de fibras que han sido extraídas del material.

Cuanto menor sea el número de fibras extraídas, la superficie de fractura será más plana y uniforme.

El trabajo futuro que se va a realizar para profundizar en las incógnitas pendientes incluye:

Realización de micrografías de los filamentos de las fibras en busca de evidencias de los procesos de corrosión y rotura en las fibras.

Fabricación de GRC con mayor contenido de metacaolín para corroborar la mejora de propiedades encontrada en este trabajo.

Correlacionar las micrografías con los resultados de los ensayos de tracción para intentar relacionar la microestructura con las propiedades mecánicas del material.

Estudio de posibles sistemas de auscultación que permitan predecir las zonas más débiles del material.

AGRADECIMIENTOS

Los autores desean agradecer al Ministerio de Educación y Ciencia la financiación de este trabajo a través del proyecto BIA 2004-07336.

REFERENCIAS

- [1] L. Sánchez Paradela, V. Sánchez-Gálvez *Los cementos reforzados con fibras de vidrio*, Hormigón y Acero, V.173, 4º trimestre 1989, pp.113-126.
- [2] L. Sánchez Paradela, V. Sánchez-Gálvez. "Comportamiento a tracción de cementos reforzados con fibras de vidrio", Informes de la construcción, V.43, número 413, Mayo-Junio 1991 pp.77-89
- [3] B. Mobasher, , S.P. Shah, *ACI Mater. J.* 1989, nº 86 pp 448-458.
- [4] A.J. Majumdar, *Fibre reinforced cement and concrete*. Construction Press: Lancaster, PA (1975), pp 279-314.
- [5] S.P. Shah, D. Ludirdja, J.I: Daniel, B. Mobasher. *ACI Material Journal* (1988), número 85, pp. 352-360.

- [6] S.P. Shah, D. Ludirdja, J.I: Daniel. *Prestressed Concrete Inst.* (1987) numero 32, pp. 82-99.
- [7] Majumdar, A.J. y Laws, V. *Glass fibre reinforced cement*, BSP Professional Books, Oxford, 1991.
- [8] S. Marikunte. C. Aldea, S.P. Shah *Durability of Glass Fibre Reinforced Cement composites*. Advanced Cement Materials (1997), Vol 5. pp 100-108.
- [9] H.Ball, M. Wackers *Long term durability of naturally aged GFRC containing Forton polymer*. Proceedings Congreso GRC (2001). pp. 83-95
- [10] P. Purnell, N.R. Short, C.L. Page, *Modeling durability in GRC*. Proceedings Congreso GRC (2001). pp. 73-82

RESISTENCIA A LA PROPAGACIÓN SUBCRÍTICA DE GRIETAS EN MATERIALES COMPUESTOS ESPINELA-WOLFRAMIO

T. Rodríguez-Suarez¹, S. Lopez-Esteban¹, J. Chevalier², J. S. Moya¹

¹ Instituto de Ciencia de Materiales de Madrid (ICMM)

Consejo Superior de Investigaciones Científicas (CSIC)

C/ Sor Juana Inés de la Cruz, 3

28049 Cantoblanco-Madrid, España

E-mail: trodriguez@icmm.csic.es

² Université de Lyon, INSA-Lyon, MATEIS, UMR CNRS 5510,

20 avenue Albert Einstein

VILLEURBANNE F-69621, France

E-mail: jerome.chevalier@insa-lyon.fr

RESUMEN

Se ha estudiado la resistencia a la propagación subcrítica de grietas, mediante los diagramas V-K_I para una espinela de aluminio y magnesio (MgAl₂O₄) y los correspondientes materiales compuestos de espinela-wolframio con diferentes contenidos metálicos. Se ha puesto de manifiesto que el metal juega un papel crucial en estos materiales compuestos aumentando los valores de K_I de modo que, a mayor contenido metálico, mayor es la tenacidad que se obtiene. Se ha visto que el mecanismo que refuerza la matriz es el de ligamentos resistentes y la magnitud de dicho reforzamiento puede ser estimada por medio de ensayos de doble torsión, a través de la función de flexibilidad. El comportamiento tipo curva-R ha sido estudiado para el material compuesto con el contenido más elevado de wolframio.

ABSTRACT

V-K_I diagrams have been studied for magnesium aluminate spinel (MgAl₂O₄) and the corresponding spinel-tungsten composites with different metallic content in order to determine the slow crack growth susceptibility. It has been stated that the metal plays a crucial role in these composites by increasing K_I, that is, the higher the metallic content, the higher the toughness found. It has been observed that bridging is the mechanism involved in the matrix reinforcement. The magnitude of this reinforcement can be estimated by the compliance function, performing double torsion tests. R-Curve behaviour has been studied for the composite material with the highest metallic content.

PALABRAS CLAVE: Reforzamiento, propagación subcrítica de grietas, curva-R, doble torsión.

1. INTRODUCCIÓN

Las cerámicas oxídicas son consideradas, hoy en día, como materiales aptos para aplicaciones técnicas debido a su relativamente fácil procesamiento y elevados valores de dureza. Sin embargo, presentan el inconveniente de ser demasiado frágiles y susceptibles a la propagación subcrítica de grietas (*slow crack growth*, SCG). En la punta de grieta puede tener lugar la adsorción de moléculas de agua procedentes de un ambiente húmedo o del propio aire, lo que conlleva una brusca disminución de la energía superficial, convirtiendo a las cerámicas, de este modo, en poco recomendables para muchas aplicaciones estructurales.

Para resolver este problema, durante las últimas décadas la combinación cerámica/metal se ha convertido en un tópico muy atractivo bajo los puntos de vista científico y tecnológico. Se encuentra bien establecido en la literatura la mejora de las propiedades mecánicas (y, en particular, la tenacidad) mediante la dispersión de

partículas metálicas como segunda fase [1].

Tanto las cerámicas como los materiales compuestos cerámica/metal están emergiendo en el terreno militar [2], aprovechando su bajo coste de procesamiento, un fácil escalado, ligereza y propiedades únicas. Además, hoy en día existe un interés especial en el desarrollo de materiales para el campo energético [3]. Las cerámicas son demandadas para diversas aplicaciones en las que se verían envueltas en un ambiente de irradiación de neutrones intenso, como es el caso del reactor experimental termonuclear (ITER). Se han estudiado previamente los efectos de la irradiación neutrónica en las espinelas de aluminio y magnesio, que han mostrado poseer excelentes características, incluso bajo una radiación de neutrones de alta fluencia [4]. Por otro lado, el Be, W y los materiales carbonosos son considerados como materiales de blindaje que pueden enfrentarse directamente al plasma en reactores de fusión nuclear [5]. Las condiciones operacionales para los materiales de blindaje son muy complejas e incluyen

bombardeo con partículas, fatiga térmica, irradiación con neutrones, diferentes tipos de choques, etc.

En este contexto, los compuestos espinela-W parecen ser un nuevo y prometedor material con propiedades únicas: i) tanto la cerámica como el metal son refractarios ($T_f > 2000^\circ\text{C}$) por lo que pueden estar expuestos a elevadas temperaturas; ii) ambos presentan un buen comportamiento frente a la irradiación con neutrones; iii) la diferencia entre los coeficientes de expansión térmica no es muy notable. ($\alpha = 5,4 \cdot 10^{-6} \text{ K}^{-1}$ para la espinela y $\alpha = 4,5 \cdot 10^{-6} \text{ K}^{-1}$ en el caso del wolframio), por lo tanto, el compacto final estará prácticamente libre de tensiones residuales, y iv) en un trabajo previo [6] los autores han mostrado que estos materiales compuestos presentan un comportamiento tipo curva-R, tanto más acusado cuanto mayor es el contenido metálico del compuesto. Este comportamiento es consecuencia del mecanismo de reforzamiento de ligamentos resistentes presente, así como de la deformación plástica del metal.

El primer objetivo de este trabajo ha sido el estudio de la propagación subcrítica de grietas en estos materiales compuestos cerámica/metal con diferentes contenidos en W, así como para la espinela monolítica, a modo de comparación. El estudio se ha llevado a cabo en grietas largas, mediante la técnica de doble torsión (DT). Ya que se han obtenido grandes diferencias en las resistencias a la propagación subcrítica de grietas entre la cerámica monolítica y los materiales compuestos, se ha determinado el origen del reforzamiento en éstos últimos. Para el correspondiente al contenido metálico más elevado, se han evaluado las tensiones de ligadura y el comportamiento tipo curva-R a partir del análisis de flexibilidad (*compliance*, C) llevado a cabo en las probetas de DT. La flexibilidad se encuentra, de hecho, afectada por las tensiones de ligadura: la presencia de estas tensiones en las caras de la grieta provoca que la grieta se cierre y, por lo tanto, se dará una desviación con respecto a los valores de flexibilidad que cabe esperar de las consideraciones teóricas o de las medidas hechas en las probetas entalladas [7]. Se han llevado a cabo ensayos de DT para el análisis de los ligamentos sobre las grietas por presentar una mayor estabilidad en los resultados de propagación de grieta [8], además de permitir una aplicación directa, con el mismo método, de los resultados de las curvas de propagación subcrítica de grietas obtenidas.

2. PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL

2.1. Materiales de partida

Se han empleado los siguientes polvos comerciales: (1) W metálico con una pureza del 99.95 % (Goodfellow Cambridge, Ltd., U.K.), con un tamaño de partícula medio $< 1 \mu\text{m}$ (2) Espinela de Al y Mg rica en alúmina AR78 (Alcoa Industrial Chemicals, Alemania) con un tamaño de partícula medio de $4,5 \mu\text{m}$ y el siguiente análisis químico (% p.): Al_2O_3 (77,1), MgO (22,52),

SiO_2 (0,05), Fe_2O_3 (0,08), CaO (0,25).

2.2. Procesamiento de los materiales compuestos de $\text{MgAl}_2\text{O}_4/\text{W}$

El polvo comercial de espinela se molió por atrición en agua destilada con bolas de circonita durante 3 horas hasta que se alcanzó un tamaño medio de partícula de $\approx 1,5 \mu\text{m}$. Tras la molienda, el polvo se desaglomeró en un mortero de ágata, fue calcinado a 600°C durante 1 h en aire, para quemar todos los residuos orgánicos, y tamizado $< 100 \mu\text{m}$. Se prepararon 4 suspensiones con diferentes composiciones de espinela-W mezclando el polvo molido de espinela con un 7, 10, 14 y 22 % vol. de W usando agua destilada como medio de homogeneización. Desde este momento se denotarán las muestras como AR78-7W, AR78-10W, AR78-14W y AR78-22W, respectivamente. El contenido en sólidos se fijó en un 75 % p. Se añadió un polielectrolito aniónico (Dolapix PC-64) como defloculante en una concentración del 2 % p. referida al contenido total en sólidos. Las mezclas se homogeneizaron con bolas de circonita en contenedores de polietileno a 100 rpm durante 24 h y, posteriormente, se secaron a 90°C durante 24 h. El polvo resultante se disgregó en mortero de ágata. Posteriormente, el polvo se sinterizó por prensado en caliente en un molde de grafito de 50 mm de diámetro bajo atmósfera de Ar (para evitar el contacto con el oxígeno) a una temperatura de 1650°C durante 1 h y una presión aplicada de 46 MPa. Se obtuvieron discos de 50 mm de diámetro y 5 mm de altura. La espinela se procesó de igual forma. Los discos sinterizados se pulieron a $1 \mu\text{m}$ y se cortaron con un disco de corte diamantado con las dimensiones adecuadas para los ensayos de DT.

2.3. Caracterización

Se llevaron a cabo estudios de difracción de rayos X de los diferentes polvos usando radiación $K\alpha$ del Cu para la identificación de fases en un difractómetro Bruker D8.

Se estudiaron las microestructuras de los compactos sinterizados sobre las superficies pulidas a $1 \mu\text{m}$ por medio de microscopía óptica (Leica, modelo DMR, Cambridge, UK) y microscopía electrónica de barrido (SEM; Hitachi, Model S3000N).

La prefisuración de las muestras y las medidas de flexibilidad se realizaron en una máquina hidráulica de ensayos mecánicos INSTRON 8500. Las longitudes de grieta se midieron en un microscopio óptico ZEISS AXIOPHOT con una precisión de $10 \mu\text{m}$. Los ensayos de relajación se desarrollaron en una máquina electromecánica SCHENCK TREBEL para asegurar la perfecta estabilidad de la cruceta durante los ensayos.

2.4. Método de doble torsión

La susceptibilidad de las cerámicas a la propagación

subcrítica de grietas se puede discutir sobre el diagrama V (velocidad de grieta) frente a K_I (factor de intensidad de tensiones), donde K_I representa las tensiones en la punta de grieta o en algún defecto ya existente en la cerámica, como puede ser un poro, un surco, etc. La presencia de un umbral en el factor de intensidad de tensiones, K_{I0} , bajo el cual no ocurre la propagación de grieta, ha sido objeto de importantes investigaciones en el campo de la cerámica [9]. Este umbral corresponde a un equilibrio en el que la grieta presenta una velocidad de propagación nula. La sensibilidad de las cerámicas a la propagación subcrítica de grietas se puede representar en un diagrama normalizado $V-(K_I/K_{IC})$, donde K_{IC} es la tenacidad. Cuanto mayor sea la relación K_{I0}/K_{IC} , menor será la susceptibilidad a la propagación subcrítica de grietas por corrosión promovida por tensiones.

El método de DT se ha utilizado para el análisis de la flexibilidad (*compliance*, C) y la determinación del comportamiento tipo curva- R en muestras agrietadas previamente. La geometría requerida a las muestras para realizar los ensayos de DT, así como la configuración de las cargas que han de aplicarse [10,11], se muestra en la Figura 1.

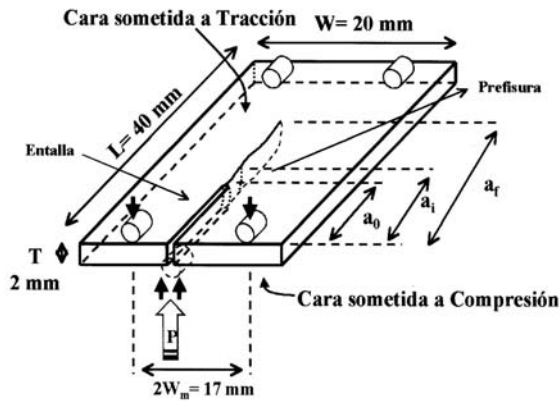


Figura 1. Geometría de las probetas para realizar el ensayo de DT [12].

Las superficies que se sometieron a tracción se pulieron previamente a $1 \mu\text{m}$ para poder observar la grieta con una precisión de $\pm 2 \mu\text{m}$. Mediante un disco de corte diamantado, se mecanizó una entalla de longitud $a_0 = 10 \text{ mm}$ y anchura $\rho = 0,3 \text{ mm}$. A continuación, se indujo una pequeña grieta natural en la muestra mediante una prefisuración lenta con una carga de $5 \mu\text{m/min}$ hasta que se consiguió una longitud de grieta de unos 12 mm .

Por medio de los ensayos de relajación se obtuvieron las curvas $V-K_I$ [13]. Las probetas prefisuradas se cargaron a una velocidad constante de $0,3 \text{ mm/min}$, seguido de un paro de la cruceta a un desplazamiento constante, cuando la grieta comenzaba a propagarse. La curva carga frente a tiempo ($P-t$) permite la determinación de los diagramas $V-K_I$ por el análisis de la flexibilidad [13]. De acuerdo con la geometría de la probeta, la expresión común para K_I es:

$$K_I = H \cdot P \quad (1)$$

siendo

$$H = \frac{W_m}{T^2} \left[\frac{3(1+\nu)}{\Psi(T/W)W} \right]^{1/2} \quad (2)$$

donde

$$\Psi(T/W) = 1 - 0.6302t + 1.20te^{-\pi/t} \quad (3)$$

P es la carga aplicada (N), W_m es la distancia entre dos puntos de flexión (mm), W y T son la anchura y el espesor de la muestra, respectivamente, ν es el coeficiente de Poisson y $t = 2T/W$.

Para una medida precisa del crecimiento de la grieta en los diagramas $V-K_I$, se precisa un factor de corrección que ha de introducirse en la expresión convencional para K_I [14]. Así, la expresión para K_I queda ahora de la forma:

$$K_I = HP(a/a_0)^{6/32} \quad (4)$$

donde a_0 es la longitud inicial de la grieta y a es la longitud de grieta. El factor de intensidad de tensiones se puede calcular a partir de la Ec. (4) siempre y cuando la longitud de la grieta sea conocida. La velocidad de propagación de grieta se puede calcular mediante la siguiente expresión [12]:

$$V = \frac{da}{dt} = -\frac{P_{i,f}}{P^2} \left[a_{i,f} + \frac{D}{B} \right] \left(\frac{dP}{dt} \right) \quad (5)$$

donde P_i y P_f denotan la carga al inicio y final del ensayo y a_i y a_f las correspondientes longitudes de grieta. D y B son constantes dependientes de la geometría de la muestra y de la rigidez del material, basadas en la flexibilidad, C , de las muestras de DT:

$$C = Ba + D \quad (6)$$

De forma general, se puede asumir que la flexibilidad es una función lineal con respecto a la longitud de grieta (Ec. (6)). Una expresión teórica para B es:

$$B = \left[\frac{6(1+\nu)W_m^2}{EWT^3\Psi(T/W)} \right] \quad (7)$$

donde W_m , W , T , t y ψ han tienen el mismo valor que el descrito en la Ec. (3).

Para evitar subestimar la longitud de grieta por un método puramente teórico basado en la flexibilidad [15], se midieron varias longitudes de grieta entre 11 y 30 mm (el intervalo de propagación de grietas en las muestras de DT) con un microscopio óptico tras la descarga de la muestra durante la realización de los ensayos. Estas medidas precisas de longitud de grieta se

utilizaron para corregir y recalcular las longitudes de grieta mediante la expresión:

$$a = \frac{P_f \left(a_f + \frac{D}{B} \right)}{p} - \frac{D}{B} \quad (8)$$

donde a_f y P_f son los valores de la longitud de la grieta y de la carga al final del ensayo.

Para considerar de forma precisa la influencia de la resistencia sobre el avance de las grietas durante la propagación subcrítica, se estudió el comportamiento tipo curva- R mediante la técnica de doble torsión (en muestras prefisuradas) para el material compuesto con el mayor contenido metálico (22 % vol. W). El análisis de la flexibilidad se llevó a cabo en muestras con diferentes longitudes de entalla (entre 10 y 30 mm sobre la misma muestra). El resultado se comparó con el obtenido mediante un crecimiento de grieta natural (sin entallas sucesivas de diferentes longitudes) para el mismo compuesto. Los ensayos se realizaron en atmósfera de aire a temperatura ambiente (50 % HR).

3. RESULTADOS Y DISCUSIÓN

Todos los materiales alcanzaron densidades >99 % de la teórica tras la sinterización.

3.1. Diagramas $V-K_I$: efecto del contenido

En la Figura 2 se muestran los resultados obtenidos mediante ensayos de relajación a desplazamiento constante, para la propagación de grietas en el caso de la espinela monolítica, así como de los materiales compuestos con diferentes contenidos metálicos. Se pueden observar en las curvas las tres regiones de la propagación de grietas obtenidas en aire.

Para la espinela monolítica, la velocidad de propagación es muy sensible al factor de intensidad de tensiones K_I a velocidades inferiores a 4×10^{-5} m/s (región I). Para una velocidad de propagación superior, la dependencia con respecto a K_I se vuelve moderada (región II). Este plató se ha asociado a un crecimiento de grieta limitado por la velocidad de transporte de moléculas de agua hacia la punta de la grieta a medida que avanza [16]. A velocidades superiores a 10^{-4} m/s, este plató termina y se puede observar una fractura rápida ante la ausencia de la interacción con las moléculas de agua en la punta de grieta (región III).

La tenacidad a la fractura, K_{IC} , definida como el factor de intensidad de tensiones que lleva a una rotura catastrófica [17], se podría determinar a partir de la Fig. 1 como $2,2 \text{ MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$ para la espinela monolítica. En la misma figura, se puede observar un aumento de tenacidad con el contenido de W en los compuestos. Los valores de tenacidad son, en este caso, 2,95; 3,45; 4,40 y $5,85 \text{ MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$ para AR78-7W, AR78-10W, AR78-

14W y AR78-22W, respectivamente. Se puede observar, incluso, un desplazamiento de todas las curvas hacia valores de K_I más altos cuanto mayor sea el volumen de las inclusiones metálicas. K_{I0} , se define aquí como el factor de intensidad de tensiones mínimo que proporciona una propagación de grieta medible durante los ensayos de relajación. Este factor es mucho más alto en el compuesto AR78-22W que para la espinela monolítica. Extrapolando los datos de las curvas $V-K$ hacia velocidades de grieta inferiores a 10^{-7} m/s se obtienen los valores de K_{I0} siguientes: 1,85; 2,55; 3,10; 4 y $5,45 \text{ MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$ para los diferentes materiales compuestos.

Por tanto, $K_{IC}-K_{I0}$, es decir, la diferencia en el factor de intensidad de tensiones entre la situación de propagación de grieta nula y la de rotura catastrófica del material, está comprendida en el intervalo 0,3-0,4 $\text{MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$ en todas los compuestos, independientemente del contenido metálico. Sin embargo, tanto K_{I0} como K_{IC} , aumentan con el contenido metálico. La susceptibilidad aparente a la propagación subcrítica de grietas disminuye notablemente con el contenido metálico, dado que aumenta la relación K_{I0}/K_{IC} (0,84 para espinela monolítica, 0,94 para el compuesto con 22% vol. W). El alto valor de esta relación es similar al que presentan los materiales covalentes [18].

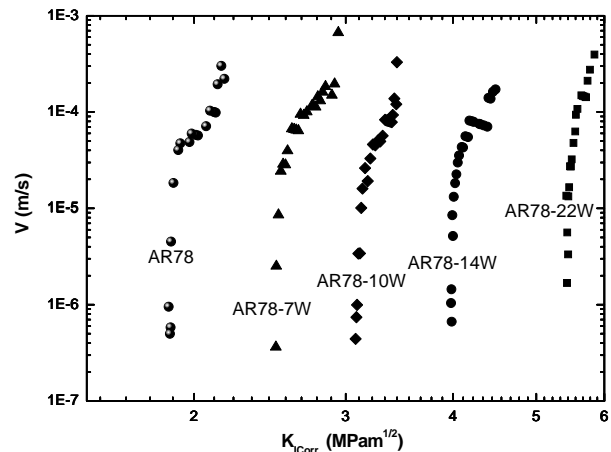


Figura 2. Diagramas $V-K_I$ para los materiales compuestos de $\text{MgAl}_2\text{O}_4/\text{W}$.

3.2. Análisis de flexibilidad para el material AR78-22W

Se ha determinado por el método de indentación-flexión en un trabajo previo [6] que existe un comportamiento tipo curva- R en estos materiales compuestos. Por tanto, se ha de determinar la magnitud del reforzamiento por medio del ensayo de DT, por medio del método de relajación desarrollado y aplicado previamente a alúminas [8].

Se ha llevado a cabo el análisis de flexibilidad en una muestra de DT practicándole entallas sucesivas a la misma muestra cada vez de mayor longitud (de 10 a 30 mm). Los resultados se compararon con los obtenidos en otra muestra del mismo material con un crecimiento

de grieta natural inducido (sin entallas sucesivas). Los resultados se muestran en la Figura 3.

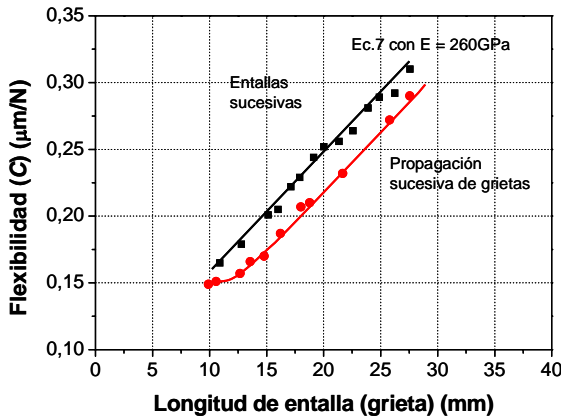


Figura 3. Diagrama de flexibilidad frente a la longitud de entalla para el material compuesto AR78-22W.

Se puede decir que la flexibilidad de una muestra de DT presenta una función lineal con respecto a la longitud de grieta (Ec. (6)). En la Figura 3 se representa también la variación que se puede esperar para la flexibilidad experimental con respecto a la teórica frente a la longitud de grieta, tal y como se expone en la Ec. (7). El resultado experimental para la flexibilidad de las muestras entalladas frente a la longitud de entalla está de acuerdo con el análisis teórico, ya que la entalla da lugar a la formación de labios de fisura casi independientes, donde no interacciona el mecanismo de reforzamiento.

Por el contrario, la evolución de la flexibilidad por DT con la extensión de grieta real (a partir de una entalla inicial de 10 mm de longitud) no es una función lineal con respecto a la longitud de grieta en todo el dominio de su extensión, sino que sólo lo es entre 14 y 30 mm ($\Delta a = 3-20$ mm). Esto es debido a las interacciones de ligamentos resistentes presentes tras el avance de grieta y que actúan cerca de ella [8]. De hecho, debido al efecto de las tensiones ejercidas por los ligamentos resistentes en la apertura de la grieta ocurre que $C(real) < C(th)$. Esta desigualdad es fruto de las tensiones de ligadura presentes en la interfase de la grieta, que causan que $C(real)$ sea menor que la flexibilidad elástica teórica. Esta desigualdad pone de manifiesto una fuerte influencia de estas tensiones de ligadura. Se puede definir una *función de flexibilidad*, $\Phi(a)$, que aumenta de cero a un valor determinado y muestra un plató cuando se ha desarrollado totalmente la zona de reforzamiento:

$$\Phi(\Delta a) = \frac{C_{th}(a)}{\frac{\partial C_{th}}{\partial a}} \left(\frac{C_{th}(a)}{C_{real}(a)} - 1 \right) \quad (9)$$

En un trabajo previo sobre alúmina [8], se demostró que el ensayo de flexibilidad era una herramienta poderosa para evaluar la curva-R, ya que la función $\Phi(a)$ y la

curva-R experimental son proporcionales. La evolución de la función de flexibilidad se muestra en la Figura 4. Esta función aumenta en un principio, y después muestra un plató para un valor de $\Delta a = 3$ mm. Esto significa que el reforzamiento del material con el avance de la grieta aumenta durante varios milímetros antes de alcanzar el valor estacionario de saturación. El valor del plató obtenido es mayor que el estudiado en el caso de las alúminas policristalinas que presentaban un fuerte comportamiento tipo curva-R [8]. En una primera aproximación, se ha usado en la Figura 4 el coeficiente empírico proporcional entre K_R y $\Phi(a)$ obtenido para las alúminas para estimar la curva-R en el material compuesto AR78-22W. Se supone, entonces:

$$\Delta K_R(a) = \chi \cdot \Phi(a) \quad (10)$$

donde $\Delta K_R(a)$ es el incremento de la resistencia a la propagación de grieta (curva-R) y χ es el factor de proporcionalidad determinado experimentalmente para la alúmina con el valor $\chi = 1,3 \text{ MPa} \cdot \text{m}^{1/2} \cdot \text{mm}^{-1}$.

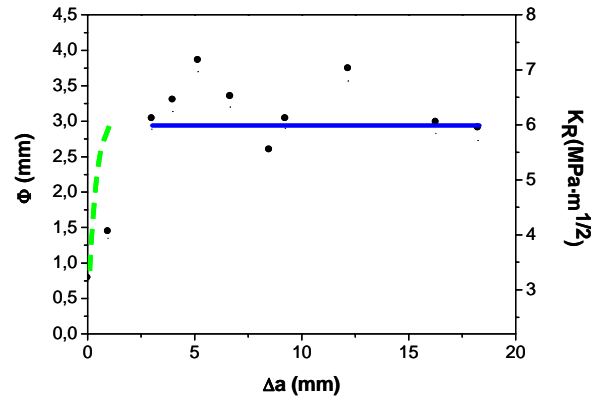


Figura 4. Función de flexibilidad frente a la longitud de grieta para AR78-22W. La línea sólida representa los valores de K_{IC} obtenidos mediante SCG en la Fig.2. La línea discontinua representa los valores obtenidos por el método de indentación-flexión (Ref.[6])

Los resultados están de acuerdo con los obtenidos previamente en un intervalo menor de longitud de grieta, mediante el método de indentación-flexión [6] y, por otro lado, con la tenacidad estimada de las curvas $V-K_I$.

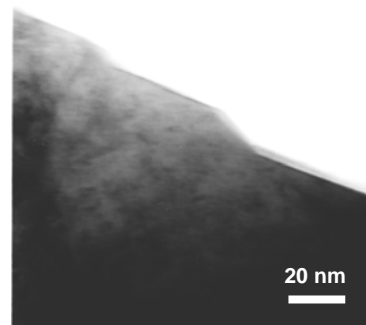


Figura 5. Micrografía de MET de la interfase MgAl_2O_4 -W en el compuesto AR78-7W.

Estos resultados concuerdan perfectamente con las observaciones de MET (Figura 5). De esta figura se pone de manifiesto que existe un excelente enlace entre la cerámica y el metal y, como consecuencia, el trabajo de separación debería ser muy elevado. Para determinarlo, se deberán realizar cálculos *ab initio*.

4. CONCLUSIONES

Se puede concluir que el mecanismo de reforzamiento por ligamentos resistentes en los materiales compuestos de $\text{MgAl}_2\text{O}_4/\text{W}$ es altamente eficiente y corrobora la baja susceptibilidad de este sistema a la propagación subcrítica de grietas, así como los altos valores de la relación K_{I0}/K_{IC} , similar a la de los materiales covalentes. Cabe destacar su posible aplicación como componente estructural en condiciones de operación severas.

AGRADECIMIENTOS

Los autores desean agradecer la financiación y colaboraciones aportadas por el proyecto europeo IP-NANOKER FP6-515784-2, así como al proyecto MAT2006-10249-C02-01 del plan nacional y al de la Comunidad de Madrid 200660M011. S. Lopez-Esteban agradece al MEC su financiación bajo el programa Ramón y Cajal.

REFERENCIAS

- [1] Moya, J. S., Lopez-Esteban, S. y Pecharromán, C., "The challenge of ceramic/metal microcomposites and nanocomposites", *Progress in Materials Science*, 52, 1017-1090, 2007.
- [2] Fleischer, N., Genut, M. y Gorodnev, A., "Shock Wave Protection Materials". *Am. Ceram. Soc. Bull.*, 85 [3], 27-28, 2006.
- [3] Cook, I., "Materials research for fusion energy", *Nature Mat.*, 5, 77-80, 2006.
- [4] Yano, T., "Effects of Neutron Irradiation on the Mechanical Properties of Magnesium Aluminate Spinel Single Crystals and Polycrystals", *J. Am. Ceram. Soc.*, 82, 3355-3364, 1999.
- [5] Barabash, V., Federici, G., Rödiger, M., Snead, L.L. y Wu, C.H., "Neutron irradiation effects on plasma facing materials", *J. Nuclear. Mat.*, [283-287], 138-146, 2000.
- [6] Rodríguez-Suárez, T., Lopez-Esteban, S., Bartolomé, J.F. y Moya, J.S., "Mechanical properties of alumina-rich magnesium aluminate spinel/tungsten composites", *J. Eur. Ceram. Soc.*, 27, 3339-3344, 2007.
- [7] Fett, T., "Influence of Bridging Stresses on Specimen Compliance". *Engineering Fracture Mechanics*, 53, 363-370, 1996.
- [8] Ebrahimi, M.E., Chevalier, J. y Fantozzi, G., "R-curve evaluation and bridging stress determination in alumina by compliance analysis", *J. Eur. Ceram. Soc.*, 23, 943-949, 2003.
- [9] Wan, K.T., Lathabai, S. y Lawn B.R., "Crack velocity functions and thresholds in brittle solids", *J. Eur. Ceram. Soc.*, 6, 259-268, 1990.
- [10] Ebrahimi, M.E., Chevalier, J. y Fantozzi, G., "Effect of grain size on crack growth in alumina" In *Fracture Mechanics of Ceramics*, Vol 13., ed. Bradt R.C., Munz, D., Sakai, Shevchenko, M.V.Y. y White, K. W. Kluwer Academy/plenum Publishers, New York, pp. 273-286, 2002.
- [11] Ebrahimi, M.E., Chevalier J. y Fantozzi, G., "Slow crack growth behavior of alumina ceramics", *J. Mater. Res.*, 15, 142-147, 2000.
- [12] de Aza, A.H. y Chevalier, J., "Revisión de la técnica de doble torsión y del método experimental en materiales cerámicos", *Boletín SECV*, 40 (2), 93-100, 2001.
- [13] Williams, D.P. y Evans, A.G., "Simple method for studying slow crack growth", *J. Test. Eval.*, 1, 264-270, 1973.
- [14] Chevalier, J., Olagnon, C. y Fantozzi, G., "Double-Torsion testing a 3Y-TZP ceramic", *Ceram. Int.* 22, 171-177, (1996).
- [15] Ebrahimi, M.E., Chevalier, J. y Fantozzi, G., "Compliance and crack-bridging analysis for alumina ceramic". In *Proceedings of the 25th Annual Conference on Composites, Advanced ceramics, Materials and Structures: A*, Vol. 22, ed. M. Singh and T. Jessen. The American Ceramic Society, 277-288, 2001.
- [16] Lawn, B. R., "Diffusion-controlled subcritical crack growth in the presence of dilute gas environment", *Mater Sci. Eng.* 13, 277-283, 1974.
- [17] Freiman, S.W., McKinney, K.R., Smith, H.L., "Fracture Mechanics of Ceramics", edited by Bradt, R.C., Hasselman, D.P.H. and Lang, F.F. (plenum Press, New York, London), Vol. 2, pp. 659-676, 1973.
- [18] Chevalier, J., Deville, S., Fantozzi, G., Bartolomé J.F., Pecharromán, C., Moya, J.S., Díaz, L.A. y Torrecillas, R., "Nanostructured Ceramic Oxides with Slow Crack Growth Resistance Close to Covalent Materials", *Nano Letters*, 5, 1297-1301, 2005.

ESTUDIO DE LAS PROPIEDADES MECÁNICAS DE COMPUESTOS $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-ZrO}_2\text{/Nb}$ MICRO-NANOESTRUCTURADOS

C. F. Gutiérrez-González¹, Ramón Torrecillas², J.S. Moya¹ y J. F. Bartolomé¹

¹Instituto de Ciencia de Materiales de Madrid (ICMM), CSIC
Sor Juana Inés de la Cruz, 3, Cantoblanco
28049 Madrid, España
E-mail: cfgutierrez@icmm.csic.es, jbartolo@icmm.csic.es
jsmoya@icmm.csic.es

²Instituto Nacional del Carbón (INCAR), CSIC
Francisco Pintado Fe, 26, La Corredoria
33010 Oviedo, España
E-mail: rtorre@incarc.csic.es

RESUMEN

El principal objetivo de la presente investigación ha sido el desarrollo de materiales compuestos cerámica-Nb micro-nanoestructurados con una óptima combinación de propiedades mecánicas. Para ello, se ha utilizado como principal herramienta el diseño microestructural, con el que se pretende controlar simultáneamente la morfología y distribución de los diversos componentes disimilares a diferentes escalas, y así compatibilizar propiedades opuestas, introducir otras nuevas y/o establecer relaciones sinérgicas entre ellas. En estos materiales compuestos, la presencia de partículas nanométricas de circonita aumenta la tenacidad inicial y la resistencia mecánica, mientras que las partículas micrométricas de niobio mejora la tolerancia a los defectos y la resistencia al avance de grieta. Se pretende aplicar estos materiales como biomateriales útiles en la fabricación y/o fijación de implantes (ortopédicos, odontológicos, óseos, etc.).

ABSTRACT

This paper focuses on the development of ceramic-Nb micro-nano-composites with an optimal combination of mechanical properties. Microstructural design has been used as main tool in order to control the different-size components morphology and distribution. As a result, we can bring together disagreeing properties, introduce new ones and establish synergistic relationships between them. The coexist function of nano-scale ZrO_2 , which can increase the initial toughness and strength, and the micrometer lamellar Nb particles which increase the flaw tolerance and crack growth resistance, improve notably the mechanical properties of these new composites. We are expecting these materials to be used as biomaterials so they can be used in the fabrication or fixation of orthopaedic, dental or bone implants.

PALABRAS CLAVE: Compuestos cerámica-metal, Microestructura, Tenacidad, Curva- R.

1. INTRODUCCIÓN

Los materiales cerámicos estructurales avanzados son de gran interés en muchas aplicaciones industriales debido a su resistencia al desgaste y excelentes propiedades a alta temperatura. Sin embargo, debido a su baja tenacidad y tolerancia a los defectos, ya sean propios de la fabricación o del uso, sus aplicaciones son limitadas. Durante los últimos años, la utilización de conceptos de mecánica de fractura en el diseño de materiales cerámicos, ha hecho posible el aumento de la resistencia a la fractura y la tenacidad de estos materiales. La estrategia de refinar las técnicas de procesamiento y refinar la microestructura aumenta la resistencia mecánica, pero no produce mejoras en la tenacidad. Uno de los métodos mas usados para lograr

aumentar la tenacidad es la incorporación de partículas metálicas dúctiles en una matriz cerámica [1, 2]. Esto genera un aumento de la tenacidad con la extensión de grieta, denominado comportamiento de Curva-R [3]. Este aumento de la tenacidad proporciona al material una mayor tolerancia a los defectos mejorando la resistencia mecánica del material para tamaños de defectos grandes [4], sin embargo se reduce en el caso de defectos de tamaño pequeño. Varios investigadores han mostrado como mejorar las propiedades mecánicas de materiales con matriz cerámica mediante la dispersión de una segunda fase también cerámica, pero de tamaño nanométrico, formando así un nanocompuesto [5, 6]. En este tipo de materiales, el aumento de la resistencia mecánica no es debida a un incremento de la tenacidad [7] sino a otros mecanismos

como los relacionados con las tensiones térmicas residuales, cambios en la morfología de los bordes de grano, presencia de dislocaciones, aumento de la energía de fractura en las intercaras, etc.

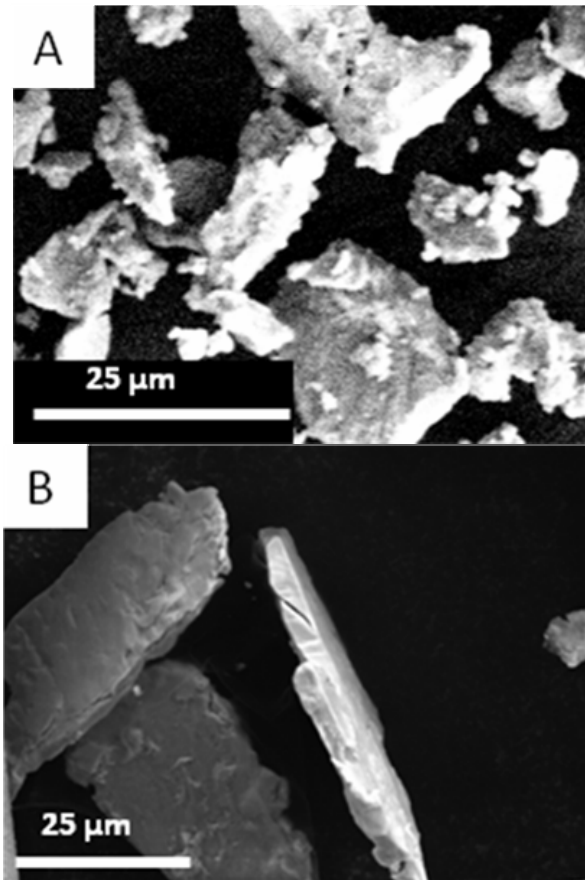


Figura. 1. (A) Partículas de niobio sin moler. (B) Partículas de niobio después del proceso de molienda.

Se han publicado numerosos trabajos a cerca del aumento de la tenacidad que produce la incorporación de fases dúctiles a la matriz, sin embargo, no se ha estudiado suficientemente la correlación existente entre tenacidad y resistencia mecánica [8-10]. En este sentido, Niihara [5] mostró que la hibridación de micro y nanocompuestos podría resultar en un aumento de la tenacidad y la resistencia mecánica de forma simultánea. En el presente trabajo, se examina el comportamiento a la fractura de un nuevo micro-nanocompuesto de $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-ZrO}_2\text{/Nb}$, en donde los mecanismos de reforzamiento que actúan a diferentes escalas se obtienen mediante la incorporación de partículas nanométricas de ZrO_2 y partículas de niobio micrométricas en forma de escamas a una matriz de Al_2O_3 . El Niobio ha sido elegido por su gran ductilidad y su carácter biocompatible [11, 12], lo que hace que este tipo de material sea apto para el uso en el campo de los biomateriales.

2. MATERIALES Y PROCESAMIENTO

2.1. Polvos de partida

Se han empleado los siguientes materiales en polvo como materias primas de partida:

A) α -Alúmina de alta pureza (99.99%) (TM-DAR, Taimei Chemicals Co., LTD.), con un tamaño medio de partícula $d_{50}=0.1\text{ }\mu\text{m}$.

B) Polvos nanoestructurados de alúmina con un 1.7 % en volumen (2.5% en peso) de circonia preparados a partir de la alúmina Taimei, TM-DAR y propóxido de circonio (IV) mediante un procedimiento desarrollado previamente[13].

C) Niobio suministrado por Goodfellow con un 99.85 % de pureza y un tamaño medio de partícula de aproximadamente $35\text{ }\mu\text{m}$ (Figura 1A). Este polvo de niobio fue molido en un recipiente de teflón con bolas de circonia durante cuatro horas usando alcohol isopropílico como medio líquido. Como consecuencia de este proceso se obtuvieron partículas planas de niobio en forma de escamas, con una elevada relación de aspecto y un tamaño medio de partícula de aproximadamente $41\text{ }\mu\text{m}$ (Figura 1B).

2.2. Procesamiento

Se prepararon suspensiones acuosas mezclando los polvos cerámicos con los metálicos molidos, con una concentración en peso de sólidos de 80%, de tal forma que la concentración final de metal fuese del 20% en volumen. La concentración de sólidos se determinó a partir de un estudio reológico previo [14] con el fin de evitar que se produjese la segregación de los polvos. Además de esto también se utilizó un 3% en peso de sólidos totales de un polielectrolito orgánico que actuó como surfactante. Las mezclas fueron homogeneizadas a 150 r.p.m. durante 24 horas, en contenedores de polietileno usando bolas de circonia y posteriormente secadas en estufa a $90\text{ }^\circ\text{C}$ durante 12 horas. El polvo resultante se pasó por el mortero para deshacer posibles agregados y posteriormente se pasó por un tamiz de $75\text{ }\mu\text{m}$. Finalmente, las muestras fueron sinterizadas mediante prensado en caliente a $1500\text{ }^\circ\text{C}$ durante 1 hora a 25 MPa en atmósfera inerte de argón con una velocidad de calentamiento y enfriamiento de $600\text{ }^\circ\text{C/h}$. Como resultado se obtuvieron discos de 50 mm de diámetro y 5 mm de espesor. Con el propósito de poder hacer una comparación con estos materiales se prepararon también muestras de alúmina pura y de alúmina con un 1.7% en volumen de partículas nanométricas de circonia.

2.3. Propiedades mecánicas

La dureza Vickers, H_v se midió usando un indentador Vickers de diamante (Leco 100-A, St. Joseph, MI) sobre las superficies pulidas, aplicando cargas entre 9.8 N y 490 N. La huella resultante se observó en un microscopio óptico (Leica DMRM, Cambridge, UK) midiéndose las diagonales d_1 y d_2 de la huella. La dureza Vickers H_v se calcula a partir de la carga aplicada P (N), d_1 y d_2 (m) según la ecuación 1:

$$H_v = \frac{1.8544 \cdot P}{d_1 d_2} \quad (1)$$

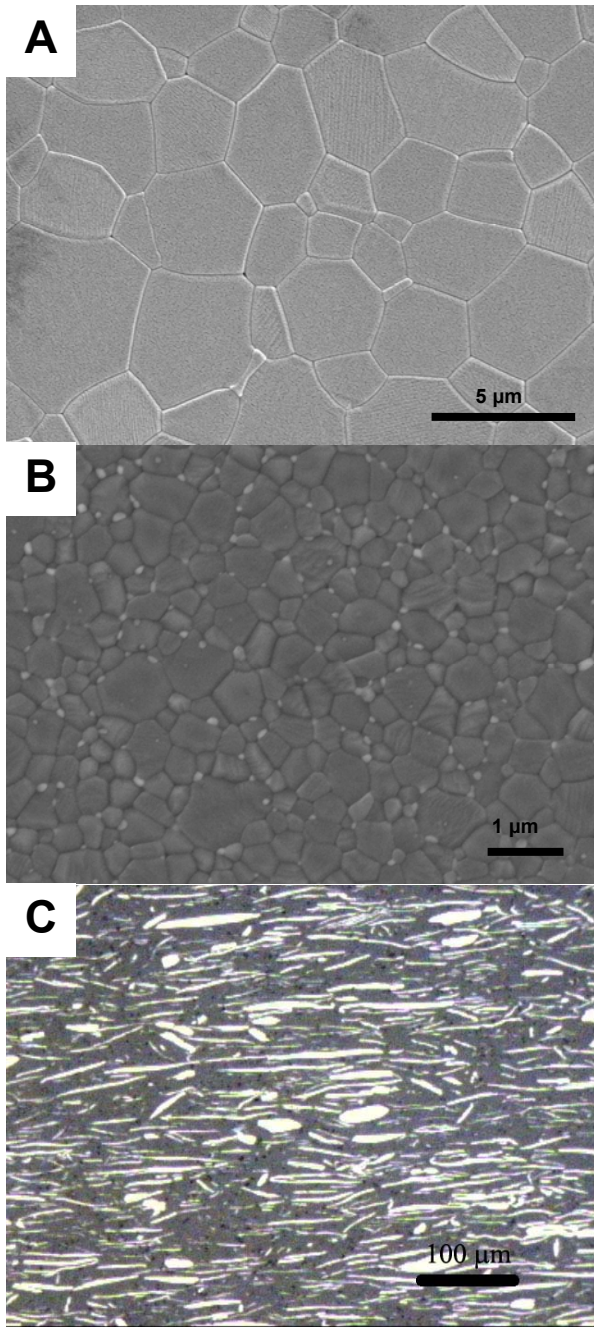


Figura 2.(A) Micrografía de microscopio electrónico de barrido de una superficie atacada del material monolítico de alúmina. (B) Superficie atacada del material de alúmina (granos gruesos grises) con el 2.5% en peso de nano-partículas de circonia (granos mas claros). (C) Micrografía de microscopio óptico del material compuesto en el que se pueden apreciar claramente los granos de niobio (de color mas claro) uniformemente distribuidos y orientados.

El módulo de elasticidad, E, se calculó a partir de las pendientes de las curvas de tensión deformación de los distintos materiales utilizando un extensómetro con un error de medida de aproximadamente un 0.5%.

La resistencia a la fractura, σ_f y la tolerancia a los defectos, se determinó mediante el ensayo de flexión a tres puntos utilizando barras prismáticas, obtenidas mediante mecanizado del material sinterizado, con unas dimensiones aproximadas de 45 mm de largo, 4 mm de ancho y 3 mm de espesor. Estos ensayos se realizaron a temperatura ambiente utilizando una máquina de ensayos universal (Instron Model 4411, Boston, MA) hasta la rotura de las muestras con una velocidad de cruceta de 0.5 mm/min y una separación entre puntos de apoyo de 40 mm. Los valores de σ_f representan la media y la desviación estándar de al menos 10 muestras de cada material. Los valores de σ_f fueron calculados a partir de la ecuación 2:

$$\sigma_f = \frac{3QL}{2lh^2} \quad (2)$$

Donde Q es la carga de rotura del material, L es la separación entre los puntos de apoyo de la muestra, l y h son el ancho y altura de la probeta respectivamente. Para los ensayos de tolerancia a los defectos las muestras fueron indentadas, sobre la cara pulida que fue sometida a tracción, con cargas entre 10 y 500 N.

Las curvas-R de cada material se obtuvieron a partir del método de indentación-flexión descrito por Braun et al.[15]. Este método considera que las grietas radiales de longitud C producidas por una indentación con carga P sometidas a tracción, σ_a , se extenderán de forma estable hasta un determinado tamaño al cual se produce la rotura catastrófica del material. El factor de intensidad de tensiones “global” aplicado $K_t(C)$, viene dado por la ecuación 3 y será igual a la suma del factor de intensidad de tensiones aplicado, $K_a(C)$, y del campo de tensiones residuales creado por la indentación, $K_r(C)$:

$$K_t(C) = K_a(C) + K_r(C) = \psi \sigma_a C^{1/2} + \chi \left(\frac{P}{C^{3/2}} \right) = K_R(C) \quad (3)$$

Donde ψ es un factor que depende de la geometría de la grieta y χ es un coeficiente del campo de tensiones residuales de la indentación. El coeficiente χ viene definido por $\chi = \xi(E/H)^{1/2}$ donde E es el módulo de Young o módulo de elasticidad del material, H la dureza y ξ es una constante geométrica de valor $\xi = 0.016 \pm 0.004$ que ha sido calibrada experimentalmente por Anstis et al. [16] para un determinado número de materiales con tenacidad conocida. El parámetro ψ para la Al_2O_3 ha sido calculado anteriormente [17] y de forma aproximada puede ser utilizado también para el nanocompuesto $Al_2O_3-ZrO_2$. En el caso del material $Al_2O_3-ZrO_2-Nb$ no existen trabajos previos en los que se hayan calculado estos parámetros. Para calcularlos se necesita conocer la morfología de la grieta y la relación entre la profundidad, a, y la longitud de la misma, 2c. De forma general se asume [18] que la forma de una grieta sometida a esfuerzos de flexión pasa de semicircular a semi-elíptica a medida que la profundidad de grieta aumenta. En el presente trabajo no se han realizado

experimentos para medir este cambio y se ha tomado como aproximación la propuesta por Li et al.[19] para el cálculo del parámetro a/c . A partir de esta aproximación se puede calcular el parámetro ψ utilizando el análisis realizado por Newman y Raju [20]. Los parámetros ψ y χ de los diferentes materiales se encuentran reflejados en la tabla 1.

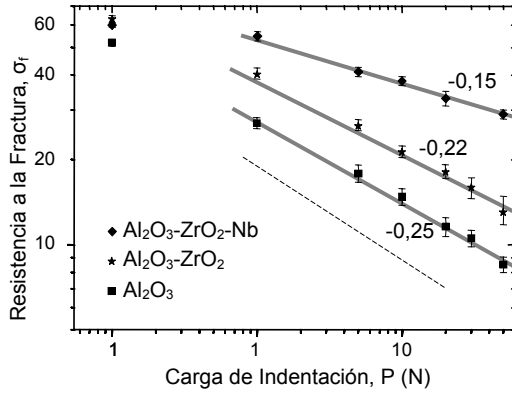


Figura 3. Carga de indentación frente a resistencia de fractura para los distintos materiales. La línea discontinua de pendiente -1/3 representa el valor de un material con tenacidad constante.

Tabla 1. Parámetros geométricos utilizados para el cálculo de la curva-R

MATERIAL	ψ	χ
Al_2O_3	1.05	0.07
$\text{Al}_2\text{O}_3\text{-ZrO}_2$	1.05	0.07
$\text{Al}_2\text{O}_3\text{-ZrO}_2\text{-Nb}$	1.29	0.08

Durante el ensayo de flexión, después de realizar la indentación, el factor de intensidad de tensiones total, K_t , es el que controla el crecimiento estable de la grieta antes de producirse la rotura catastrófica del material. Para una determinada carga de indentación, P , ésta ocurrirá cuando la tensión aplicada σ_a sea igual a σ_m , y la longitud final de la grieta alcance el valor C_m . Es decir, cuando se cumple respectivamente el equilibrio definido por la ecuación 4 y la condición tangente determinada por la ecuación 5.

$$K_t(C) = K_R(C) \quad (4)$$

$$\frac{dK_t(C)}{dC} = \frac{dK_R(C)}{dC} \quad (5)$$

Por lo tanto, la curva-R puede ser determinada resolviendo las ecuaciones 4 y 5 simultáneamente para las condiciones de cada punto de la figura resultante de resistencia a la flexión frente a carga de indentación. Con los valores conocidos de ψ y χ , la carga de indentación (P) y la resistencia a la flexión (σ_f) se puede generar una curva $K_t(C)$. De esta manera se pueden obtener una familia de curvas para cada material y para todas las cargas de indentación. La curva-R será la curva envolvente de esta familia de

curvas. Este método ya ha sido utilizado para generar curvas-R en materiales compuestos cerámica-metal [21, 22] y nanocompuestos [23].

Los puntos de intersección entre las curvas K_t y las curvas-R se pueden definir según la relación desarrollada por Hsueh y Becher [24] y que se refleja en la ecuación 6.

$$C_m = \left[\frac{\chi}{\psi} \right]^{0.5} \left(\frac{d\sigma_m}{dP} \right)^{-0.5} \quad (6)$$

Donde la pendiente ($d\sigma_m/dP$) se calcula a partir de las curvas correspondientes a la resistencia mecánica de las muestras frente a la carga de indentación.

3. RESULTADOS Y DISCUSIÓN

3.1. Microestructura

En la figura 2 se muestran micrografías de microscopio electrónica de barrido (MEB) de las muestras monolítica de Al_2O_3 (A) y del nanocompuesto $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-ZrO}_2$ (B) atacadas térmicamente. Por otro lado, la figura 2C muestra una micrografía de microscopio óptico donde se observa la distribución uniforme y la orientación debida al proceso de prensado en caliente de los granos de niobio en los compuestos.

3.2. Propiedades mecánicas

La resistencia a la fractura (σ_f), módulo elástico (E) y dureza (H_v) de cada uno de los materiales obtenidos se muestran en la tabla 2.

Tabla 2. Propiedades mecánicas de los diferentes materiales.

MATERIAL	σ_f (MPa)	E (GPa)	H_v (GPa)
Al_2O_3	520±13	360±4	20±0.2
$\text{Al}_2\text{O}_3\text{-ZrO}_2$	630±18	380±5	23.4±0.9
$\text{Al}_2\text{O}_3\text{-ZrO}_2\text{-Nb}$	600±10	340±4	14.5±0.5

Como se puede observar, la dureza de los materiales compuestos decrece como cabe esperar, ya que la dureza del niobio policristalino es de 1.3 GPa [25]. El módulo elástico del material compuesto se ajusta bastante bien a los valores calculados mediante la regla de las mezclas ($E_{Nb}=107$ GPa).

3.3. Tolerancia a los defectos

La figura 3 muestra la resistencia a la fractura frente a la carga de indentación. Para la alúmina monolítica y la alúmina con nanopartículas de circonita las pendientes, obtenidas mediante regresión lineal, fueron -0.25 y -0.22 respectivamente, lo que implica una variación de la resistencia mecánica con el tamaño de grieta mayor que en el caso del material reforzado con niobio en

donde el valor absoluto de la pendiente es menor (0.15). Esto quiere decir que para tamaños de grieta generados por cargas de indentación mayores de 10 N la resistencia mecánica de los materiales monolíticos disminuye más rápidamente que la del material reforzado con las partículas metálicas.

3.4. Curva-R

El comportamiento de tipo curva-R del compuesto $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-ZrO}_2\text{/Nb}$ se muestra en la figura 4. Se puede apreciar el alto grado de reforzamiento alcanzado por el material con partículas metálicas, cuya tenacidad se inicia con un valor de $6 \text{ MPa m}^{1/2}$ alcanzando un valor aproximado de $12 \text{ MPa m}^{1/2}$. Este comportamiento es debido al mecanismo de reforzamiento introducido por las partículas metálicas que se deforman plásticamente impidiendo el avance de la grieta. En el caso de los materiales no reforzados con partículas metálicas los valores de tenacidad que se alcanzan antes de la rotura catastrófica son aproximadamente $6 \text{ MPa m}^{1/2}$ para la $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-ZrO}_2$ y de $4.5 \text{ MPa m}^{1/2}$ para la Al_2O_3 .

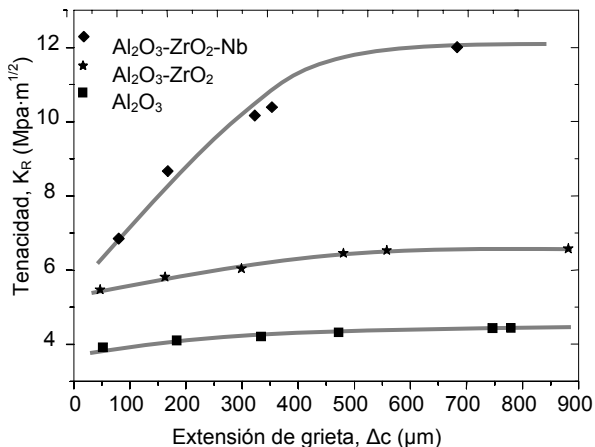


Figura 4. Comparación del comportamiento de tipo curva-R para los distintos materiales

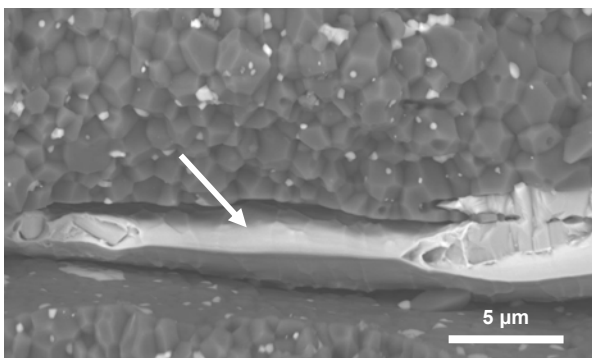


Figura 5. Micrografía de microscopio electrónico de barrido de una superficie de fractura de $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-ZrO}_2\text{-Nb}$. La flecha señala la deformación plástica del grano de niobio.

De la comparación de las curvas de la $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-ZrO}_2$ y la de la Al_2O_3 se pone de manifiesto el reforzamiento que introducen las partículas nanométricas de circonita que

opera a una escala menor que la de la microestructura de la matriz aumentando las propiedades de fractura intrínsecas del material, es decir, su tenacidad inicial [26].

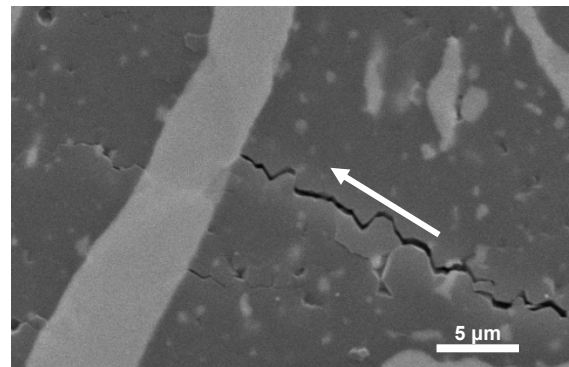


Figura 6. Micrografía de microscopio electrónico de barrido que muestra la grieta proveniente de una indentación. La flecha indica la dirección de propagación de la grieta.

Por otro lado la micrografía de microscopio electrónico de barrido de la figura 5 confirma que el alto valor de tenacidad alcanzado en el material reforzado se debe al mecanismo de ligamentos resistentes introducido por la deformación plástica de las partículas metálicas. La figura corresponde a una superficie de fractura. En la figura 6 se puede observar el mecanismo de puenteo y deflexión de grieta introducido por las partículas de niobio en una grieta generada por una indentación.

4. CONCLUSIONES

- La incorporación de un 1.7 % en volumen de nanopartículas de ZrO_2 mejora sustancialmente la resistencia mecánica de la alúmina monolítica (de ~520 MPa hasta 630 MPa), a la vez que se incrementa la tenacidad de 4 a $6 \text{ MPa m}^{1/2}$.
- Se ha logrado un comportamiento de tipo curva-R gracias a la incorporación de las partículas metálicas de niobio en matrices de $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-ZrO}_2$. Con un 20 % en volumen de Nb, la tenacidad pasó de 6 a $14 \text{ MPa m}^{1/2}$.
- La fabricación de materiales compuestos micro-nanoestructurados ofrece la posibilidad de diseñar nuevos materiales con diferentes mecanismos de reforzamiento operando a distintas escalas. En una escala menor que la de la microestructura de la matriz, se mejoran las propiedades intrínsecas del material. Por otro lado los mecanismos extrínsecos como la formación de ligamentos resistentes producidos por la incorporación de partículas metálicas dúctiles, mejora la resistencia a la propagación de grieta (Curva-R) y la tolerancia a los defectos. Se produce por tanto un aumento simultáneo de resistencia mecánica y tenacidad.

AGRADECIMIENTOS

Este trabajo ha sido financiado por la Unión Europea bajo el proyecto número: FP6-515784-2, el Ministerio de Ciencia y Tecnología español bajo el proyecto número MAT2006-10249-C02-01, la “Dirección General de Universidades e Investigación de la Consejería de Educación y Ciencia de la Comunidad de Madrid” y por el CSIC bajo el proyecto número 200660M042. J.F.B. ha sido financiado a través del Ministerio de Ciencia y Tecnología y por el CSIC bajo el programa “Ramón y Cajal” cofinanciado por el Fondo Social Europeo. Los autores agradecen a A.P. Tomsia y E. Saiz del Lawrence Berkeley National Laboratory, CA (USA) el mecanizado de las muestras empleadas en este trabajo.

REFERENCIAS

- [1] Bartolome JF, Diaz M, Requena J, Moya JS, Tomsia AP. *Mullite/molybdenum ceramic-metal composites*. Acta Materialia 1999;47:3891.
- [2] Sigl LS, Mataga PA, Dalgleish BJ, McMeeking RM, Evans AG. *On the Toughness of Brittle Materials Reinforced with a Ductile Phase*. Acta Metallurgica Et Materialia 1988;36:945.
- [3] Raddatz O, Schneider GA, Mackens W, Voss H, Claussen N. *Bridging stresses and R-curves in ceramic/metal composites*. Journal of the European Ceramic Society 2000;20:2261.
- [4] Cook RF, Clarke DR. *Fracture Stability, R-Curves And Strength Variability*. Acta Metallurgica 1988;36:555.
- [5] Niihara K. *New design concept of structural ceramics. Ceramic nanocomposites*. Journal of the Ceramic Society of Japan 1991;99:974
- [6] Sternitzke M. *Structural ceramic nanocomposites*. Journal of the European Ceramic Society 1997;17:1061.
- [7] Derby B. *Ceramic nanocomposites: mechanical properties*. Current Opinion in Solid State & Materials Science 1998;3:490.
- [8] Bannister M, Shercliff H, Bao G, Zok F, Ashby MF. *Toughening In Brittle Systems By Ductile Bridging Ligaments*. Acta Metallurgica Et Materialia 1992;40:1531.
- [9] Bao G, Zok F. *On The Strength Of Ductile Particle-Reinforced Brittle-Matrix Composites*. Acta Metallurgica Et Materialia 1993;41:3515.
- [10] Prielipp H, Knechtel M, Claussen N, Streiffner SK, Mullejans H, Rühle M, Rodel J. *Strength And Fracture-Toughness Of Aluminum Alumina Composites With Interpenetrating Networks*. Materials Science and Engineering a-Structural Materials Properties Microstructure and Processing 1995;197:19.
- [11] Godley R, Starosvetsky D, Gotman I. *Bonelike apatite formation on niobium metal treated in aqueous NaOH*. Journal of Materials Science-Materials in Medicine 2004;15:1073.
- [12] Matsuno H, Yokoyama A, Watari F, Uo M, Kawasaki T. *Biocompatibility and osteogenesis of refractory metal implants, titanium, hafnium, niobium, tantalum and rhenium*. Biomaterials 2001;22:1253.
- [13] Schehl M, Diaz LA, Torrecillas R. *Alumina nanocomposites from powder-alkoxide mixtures*. Acta Materialia 2002;50:1125.
- [14] Diaz M, Bartolome JF, Requena J, Moya JS. *Wet processing of mullite/molybdenum composites*. Journal of the European Ceramic Society 2000;20:1907.
- [15] Braun LM, Bennison SJ, Lawn BR. *Objective Evaluation of Short-Crack Toughness Curves Using Indentation Flaws - Case-Study on Alumina-Based Ceramics*. Journal of the American Ceramic Society 1992;75:3049.
- [16] Anstis GR, Chantikul P, Lawn BR, Marshall DB. *A Critical-Evaluation of Indentation Techniques for Measuring Fracture-Toughness .I. Direct Crack Measurements*. Journal of the American Ceramic Society 1981;64:533.
- [17] Basu D, Sarkar BK. *Toughness determination of zirconia toughened alumina ceramics from growth of indentation-induced cracks*. Journal of Materials Research 1996;11:3057.
- [18] Smith SM, Scattergood RO. *Crack-Shape Effects for Indentation Fracture-Toughness Measurements*. Journal of the American Ceramic Society 1992;75:305.
- [19] Li CW, Lee DJ, Lui SC. *R-Curve Behavior And Strength For Insitu Reinforced Silicon Nitrides With Different Microstructures*. Journal of the American Ceramic Society 1992;75:1777.
- [20] Newman JC, Raju IS. *An Empirical Stress-Intensity Factor Equation for the Surface Crack*. Engineering Fracture Mechanics 1981;15:185.
- [21] Bartolome JF, Diaz M, Moya JS. *Influence of the metal particle size on the crack growth resistance in mullite-molybdenum composites*. Journal of the American Ceramic Society 2002;85:2778.
- [22] Rodriguez-Suarez T, Lopez-Esteban S, Bartolome JF, Moya JS. *Mechanical properties of alumina-rich magnesium aluminate spinel/tungsten composites*. Journal of the European Ceramic Society 2007;27:3339
- [23] Yang JF, Sekino T, Choa YH, Niihara K, Ohji T. *Microstructure and mechanical properties of sinter-post-HIPed Si₃N₄-SiC composites*. Journal of the American Ceramic Society 2001;84:406.
- [24] Hsueh CH, Becher PE. *Determination of the R-Curve from the Strength—Indentation Load Relation*. Journal of the American Ceramic Society 1995;78:2237.
- [25] Smithells CS. *Metals Reference Book*. London, UK: Butterworths, 1967.
- [26] Chevalier J, Deville S, Fantozzi G, Bartolomé JF, Pecharroman C, Moya JS, Torrecillas R. *Advanced Nanocomposite Materials for Orthopaedic Applications. II. Reliability assessment*. Journal of Biomedical Materials Research Part B: Applied Biomaterials (In Press).

EL SISTEMA $\text{ZrO}_2(\text{Y}_2\text{O}_3)\text{-TiO}_2$ EN EL ÁMBITO DE LA CERÁMICA ESTRUCTURAL

E. López-López, R. Moreno, C. Baudín

Instituto de Cerámica y Vidrio, CSIC
CSIC-Campus de Cantoblanco, Kelsen 5, 28049 Madrid

RESUMEN

El titanato de circonio es un compuesto ampliamente usado en el campo de la electrónica. Si bien este compuesto tiene un alto potencial como componente de bajo coeficiente de expansión térmica, debido a su marcada anisotropía en el coeficiente de expansión térmica cristalográfico, no se ha estudiado su potencial en el ámbito de la cerámica estructural. En este trabajo se estudia la síntesis de materiales densos de titanato de circonio mediante rutas de procesamiento coloidal y sinterización reactiva a distintas temperaturas (1400°C, 1450°C y 1500°C). Los materiales obtenidos se han caracterizado mediante difracción de rayos X y microscopía electrónica de barrido con análisis por dispersión de energías. Se han determinado propiedades de interés estructural: coeficiente de expansión térmica y dureza Vickers.

ABSTRACT

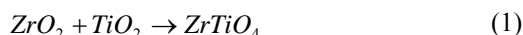
Zirconium titanate is a well known compound in the field of the electroceramics. In spite of its potential for low thermal expansion materials, it has not been considered as structural ceramic. The low thermal expansion would derivate from the anisotropy in the crystallographic thermal expansion of this compound.

Synthesis of zirconium titanate materials by colloidal processing and reaction sintering at different temperatures (1400°C, 1450°C and 1500°C) has been studied in this work. X-ray diffraction and scanning electronic microscopy with energy dispersive X-ray microanalysis were used for the microstructural characterization. Two properties of interest for structural ceramics, thermal expansion and Vickers hardness, were determined.

PALABRAS CLAVE: Titanato de circonio, Circona, Coeficiente de expansión térmica, Dureza Vickers.

1. INTRODUCCIÓN

El titanato de circonio es el compuesto cerámico que se obtiene en el sistema $\text{ZrO}_2\text{-TiO}_2$ cuando ambos componentes se hacen reaccionar en cantidades equimolares según la expresión (1):



El titanato de circonio cristaliza en el sistema ortorrómbico con una estructura tipo $\alpha\text{-PbO}_2$ [1,2]. Es muy conocido por sus aplicaciones en componentes electrónicos, catalizadores y pigmentos de alta temperatura [3-8].

El titanato de circonio presenta una alta anisotropía cristalográfica en su coeficiente de expansión térmica [9-11]. Esta propiedad hace que tenga interés en cerámica estructural, como componente para materiales de bajo coeficiente de expansión, de manera análoga al titanato de aluminio, el cual se ha usado como segunda fase en materiales de alúmina [12, 13]. Sin embargo, no existen estudios sobre las posibles aplicaciones estructurales de materiales con titanato de circonio.

Los estudios del sistema binario $\text{ZrO}_2\text{-TiO}_2$ [14-18] pusieron de manifiesto la existencia de las fases de alta

(ZrTiO_4) y de baja ($\text{Zr}_5\text{Ti}_7\text{O}_{24}$) temperatura del titanato de circonio y una solubilidad máxima de titanía en circona tetragonal del 17,5% mol a 1700°C. Estas soluciones sólidas disminuyen la temperatura de transformación de la circona tetragonal a monoclinica, pero no se llega a la estabilización completa de la circona tetragonal a temperatura ambiente.

Los materiales de ZrO_2 estabilizados con 3% mol de Y_2O_3 (3-YTZP) presentan un gran número de aplicaciones en el ámbito de la cerámica estructural debido a su alta tenacidad [19], por lo que se plantea el interés que tendrían materiales de 3-YTZP con titanato de circonio como segunda fase.

Los estudios sobre el sistema $\text{ZrO}_2\text{-TiO}_2\text{-Y}_2\text{O}_3$ [20-22] pusieron de manifiesto que la presencia de pequeñas cantidades de Y_2O_3 favorecen la formación de la fase de baja temperatura del titanato de circonio y de un compuesto con estructura tipo pirocloro ($\text{Y}_2((\text{Zr}_{0,3}\text{Ti}_{0,7})_2\text{O}_7)$) [23-25]. Para mantener en este caso la fase estequiométrica de alta temperatura es preciso hacer enfriamientos bruscos, lo cual es incompatible con la obtención de piezas.

El objetivo de este trabajo ha sido estudiar las propiedades de la fase de baja temperatura del titanato

de circonio, con el objeto de aplicación en cerámica estructural. Para ello se han preparado piezas mediante la técnica de conformado coloidal de suspensiones concentradas (45% vol.) y posterior colaje en moldes de escayola.

2. EXPERIMENTAL

Como polvos cerámicos precursores se usaron circona tetragonal policristalina estabilizada con 3 % mol de itria (Y-TZP, TZ3YS, TOSOH, Japón) y titania-anatasa (Merck, 808, Alemania). Estos polvos presentan un tamaño medio de partícula de 0,4 y 0,3 μm , respectivamente, y una superficie específica de 6,7 y 9,0 m^2/g , respectivamente. Su pureza es superior al 99% en ambos casos.

Se prepararon suspensiones acuosas concentradas estables (45% vol. sólidos) de 3-YTZP y TiO_2 , las cuales fueron optimizadas mediante medidas reológicas [26]. Se añadió 0,8% p. de dispersante (Dolapix CE64, Zschimmer-Schwarz, alemania) para la estabilización de las suspensiones. La mezcla en una relación 1/1 de ambas suspensiones permitió obtener la suspensión denominada ZT50, donde el número 50 hace referencia al porcentaje en moles de 3-YTZP.

El colaje en moldes de escayola de la suspensión ZT50 permitió la obtención de piezas con una densidad en verde (método de Arquímedes en mercurio) en torno al 60% respecto de la teórica. Estas piezas fueron llamadas ZT50 1400, ZT50 1450 y ZT50 1500. El segundo número indica la temperatura a la que se realizó la sinterización.

Se hizo un estudio de sinterización por dilatometría y análisis térmico diferencial (ATD) de la muestra ZT50 en verde. Para ello se utilizó un dilatómetro diferencial (Adamel Lhomargy, DI24, Francia) y un analizador térmico diferencial y termogravimétrico (STA 409, Netzsch, Selb, Alemania). En ambos casos la velocidad de calentamiento y de enfriamiento fue de $5^\circ\text{C}/\text{min}$ y el tamaño de las muestras de $1 \times 1 \times 2 \text{ cm}^3$.

Los compactos en verde se sinterizaron a 1400°C , 1450°C y 1500°C durante dos horas. La velocidad de calentamiento y de enfriamiento fue de $5^\circ\text{C}/\text{min}$.

La densidad de los materiales sinterizados se determinó mediante el método de Arquímedes usando agua destilada. Las fases cristalinas se determinaron en la superficie de las muestras sinterizadas, por difracción de rayos X (Siemens D5000, Alemania). Los difractogramas obtenidos se analizaron utilizando los patrones de ZrTiO_4 (ASTM 34-415), $\text{Zr}_5\text{Ti}_7\text{O}_{24}$ (ASTM 34-209), $\text{t-Zr}_{0,963}\text{Y}_{0,037}\text{O}_{1,982}$ (ASTM 83-113) y $\text{Y}_2((\text{Zr}_{0,3}\text{Ti}_{0,7})_2\text{O}_7)$ (ASTM 83-431).

Las muestras sinterizadas fueron pulidas usando suspensión de diamante de 6, 3 y $1 \mu\text{m}$ sobre paños de nylon, y atacadas térmicamente (100°C por debajo de la

temperatura de sinterización durante 1 minuto, con velocidades de calentamiento y de enfriamiento de $5^\circ\text{C}/\text{min}$) para su caracterización microestructural por microscopía electrónica de barrido con microanálisis de energías dispersas de rayos X (MEB-EDX) (DSM 950, Zeiss, Alemania).

Se realizaron dilatometrías (402 EP, Netzsch, Alemania) de las piezas sinterizadas para calcular el coeficiente de expansión térmica medio entre $25\text{--}850^\circ\text{C}$ durante el calentamiento. La velocidad de calentamiento y de enfriamiento fue de $2^\circ\text{C}/\text{min}$. Las medidas se realizaron por triplicado en muestras de $5 \times 5 \times 10 \text{ mm}^3$. El valor dado es la media de las tres medidas, y el error la desviación estándar.

La dureza se determinó mediante indentación usando un microindentador electromecánico (Microtest, España) cuya punta de diamante es una pirámide Vickers con un ángulo de 136° . El valor de la dureza se calculó usando la ecuación 2 donde P es la carga máxima ejercida en el ensayo y a es la diagonal de la huella. El valor dado es la media de las tres medidas, y el error la desviación estándar.

$$H_v = 0,4636 \frac{P}{a^2} \quad (2)$$

3. RESULTADOS Y DISCUSIÓN

En la figura 1 se representan la dilatometría y el análisis térmico diferencial (ATD) de la muestra ZT50 en verde.

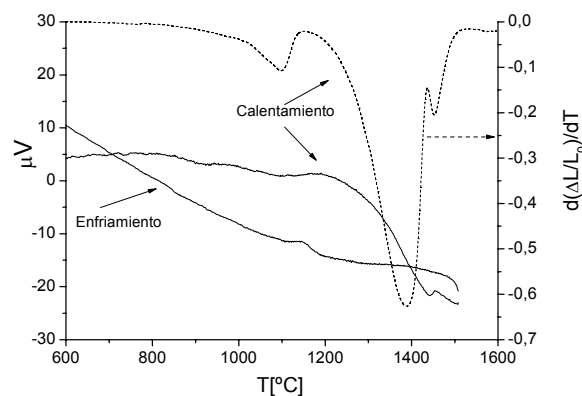


Fig.1. Dilatometría y análisis térmico diferencial de la muestra ZT50.

En la curva dilatométrica se diferencian tres picos. El primero ($\sim 1100^\circ\text{C}$) corresponde al cambio de anatasa-rutilo de la titania, el cual lleva asociado una contracción de aproximadamente 8,5% vol. (cálculo realizado a partir de las densidades teóricas de la anatasa, $3,89 \text{ g}/\text{cm}^3$, y del rutilo, $4,23 \text{ g}/\text{cm}^3$, obtenidas de las fichas ASTM 21-1272 y 21-1276, respectivamente). El segundo pico ($\sim 1400^\circ\text{C}$) corresponde a la sinterización conjunta de la titania y de la 3-YTZP, la cual se ve frenada por la ligera expansión ($\sim 1,6\%$ vol.)

provocada por la formación del ZrTiO_4 (cálculo realizado a partir de las densidades teóricas de la 3-YTZP, $6,07\text{g/cm}^3$, del rutilo, $4,23\text{g/cm}^3$, y del ZrTiO_4 , $5,08\text{g/cm}^3$, obtenidas de las fichas ASTM 83-113, 21-1276 y 34-415, respectivamente). Esta formación tiene lugar aproximadamente a unos 1440°C , y se corrobora con el pico endotérmico que aparece a la misma temperatura en la curva de calentamiento del ATD. En la curva de enfriamiento de ATD se observa un pico exotérmico a 1150°C aproximadamente que indica la transformación de la fase de alta temperatura (ZrTiO_4) a la fase de baja temperatura ($\text{Zr}_5\text{Ti}_7\text{O}_{24}$) [23, 27, 28].

En la figura 2 se representan los difractogramas de rayos X de los materiales estudiados. Se puede observar cómo la fase mayoritaria es la fase de baja temperatura del titanato de circonio, mientras que aparecen unos picos que bien pudieran corresponderse con 3-YTZP o con un compuesto con estructura tipo pirocloro de fórmula $\text{Y}_2((\text{Zr}_{0,3}\text{Ti}_{0,7})_2\text{O}_7)$ [23]. Por tanto, mediante difracción de rayos X sólo se puede asegurar que la matriz principal es la fase de baja temperatura del titanato de circonio.

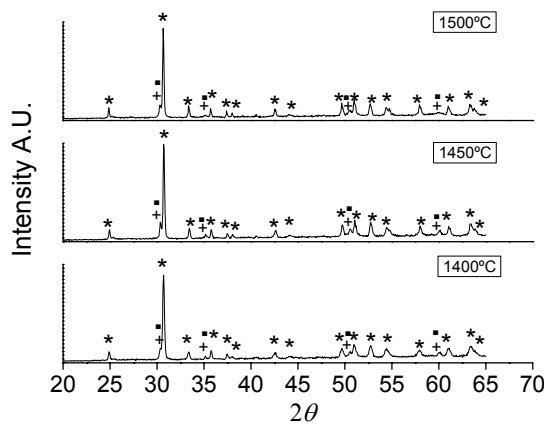


Fig.2. Difractogramas de rayos X de ZT50 sinterizada a las temperaturas indicadas. * $\text{Zr}_5\text{Ti}_7\text{O}_{24}$, ■ 3-YTZP.

Las densidades de los tres materiales sinterizados a 1400°C , 1450°C y 1500°C son $5,03\pm 0,03\text{ g/cm}^3$, $5,04\pm 0,01\text{ g/cm}^3$ y $5,02\pm 0,01\text{ g/cm}^3$, respectivamente. La similitud entre los valores de densidad junto con los diferentes niveles de porosidad que se observan en la figura 3, demuestra que existe una diferencia entre las fases presentes en los materiales. De hecho, si bien en todas las microestructuras se diferencian dos tonalidades de gris, tanto la distribución como el tamaño de la fase que sería minoritaria (más clara en las micrografías MEB) son diferentes.

En la figura 4 se pueden observar las tres microestructuras con una mayor magnificación. El análisis por EDX del material sinterizado a 1400°C (fig. 5.), pone de manifiesto que la matriz principal de color gris oscuro está constituida por la fase de baja temperatura del titanato de circonio, corroborándose los

difractogramas de rayos X. Las zonas más claras, presentan itrio, circonio y titanio. La relación Zr/Ti en esta fase es muy alta para tratarse únicamente del compuesto tipo pirocloro, $\text{Y}_2((\text{Zr}_{0,3}\text{Ti}_{0,7})_2\text{O}_7)$, por lo que podría corresponder bien a una mezcla de 3-YTZP y de $\text{Y}_2((\text{Zr}_{0,3}\text{Ti}_{0,7})_2\text{O}_7)$ o bien a una solución sólida de ZrO_2 en el compuesto ternario.

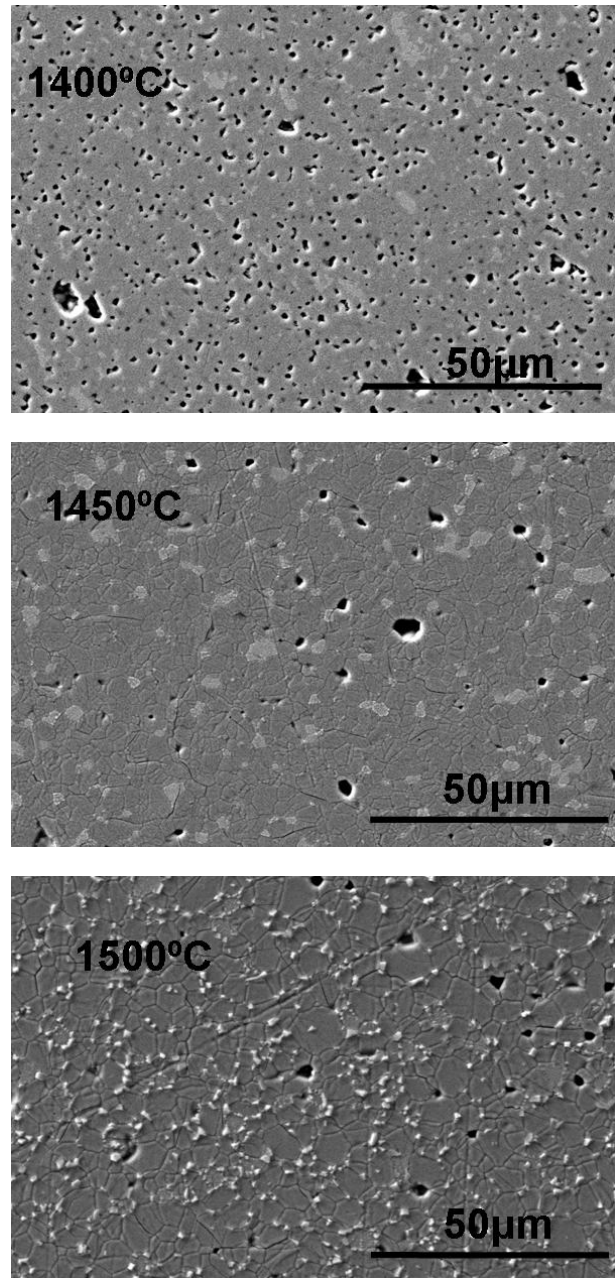


Fig.3. Micrografías de los materiales sinterizados a las temperaturas indicadas.

En la figura 6 se representan las dilatométrías realizadas a las piezas de ZT50 sinterizadas a distintas temperaturas, para calcular el coeficiente de expansión térmica (tabla 1).

Tabla 1. Coeficiente de expansión térmica de las muestras ZT50 sinterizadas a distintas temperaturas.

	ZT50 1400 ($\times 10^{-6} \text{ }^{\circ}\text{C}^{-1}$)	ZT50 1450 ($\times 10^{-6} \text{ }^{\circ}\text{C}^{-1}$)	ZT50 1500 ($\times 10^{-6} \text{ }^{\circ}\text{C}^{-1}$)
$\alpha_{25-850^{\circ}\text{C}}$	8,1 \pm 0,4	7,3 \pm 0,5	6,6 \pm 0,4

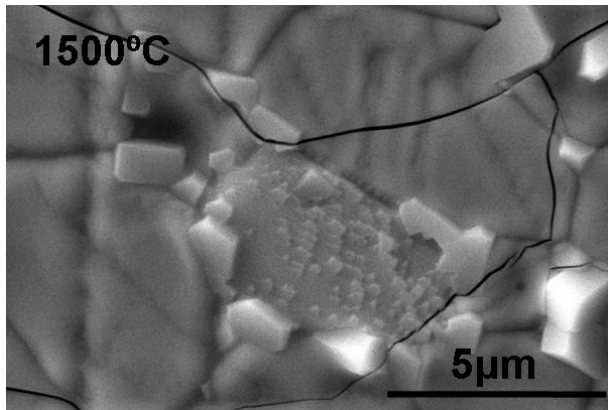
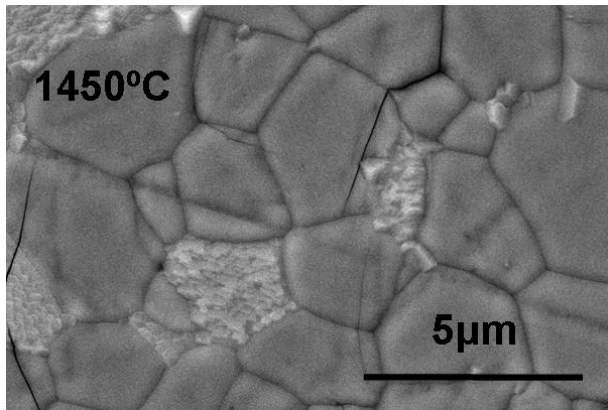
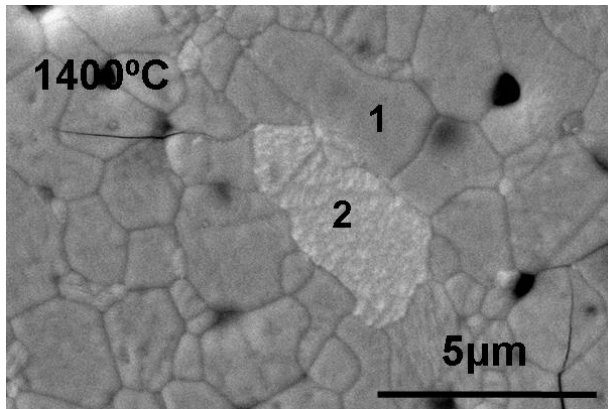


Fig.4. Micrografías de las superficies atacadas térmicamente de ZT50 sinterizada a las temperaturas indicadas.

El material sinterizado a 1500°C presenta menor coeficiente de expansión térmica, llegando a tener un valor similar a compuestos de alúmina con un 30% vol. de titanato de aluminio ($\alpha_{25-850^{\circ}\text{C}} = (5,6 \pm 0,4) \times 10^{-6} \text{ }^{\circ}\text{C}^{-1}$) [29]. Además, la pequeña histéresis de las curvas dilatómetricas de las muestras ZT50 de la figura 6, indica que no hay un microagrietamiento generalizado del material, como corroboran las microestructuras de las figuras 4 y 5. Los materiales de alúmina con un 30%

vol. de titanato de aluminio si presentaban un microagrietamiento generalizado en su microestructura, el cual llevaba asociados valores muy bajos de la tensión de fractura ($94 \pm 10 \text{ MPa}$) [29]. Es de prever que los materiales aquí estudiados presenten valores superiores de la tensión de fractura.

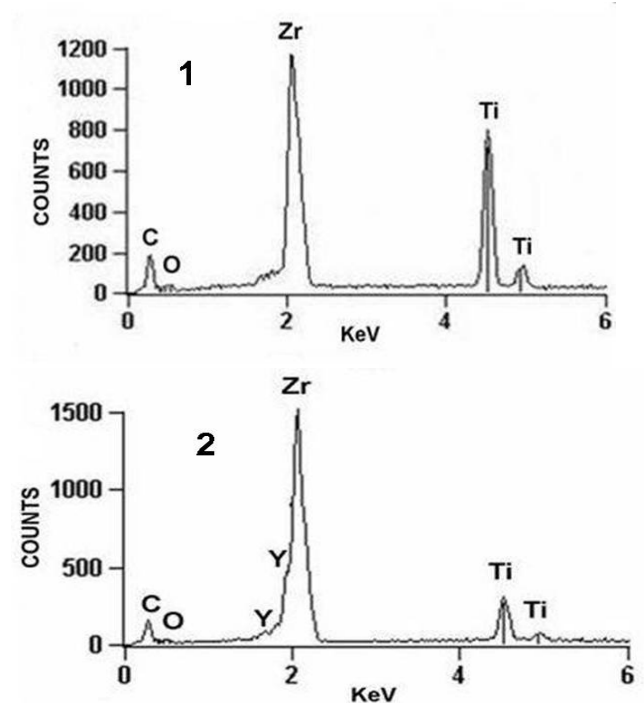


Fig.5. Análisis por EDX de la muestra ZT50 sinterizada a 1400°C

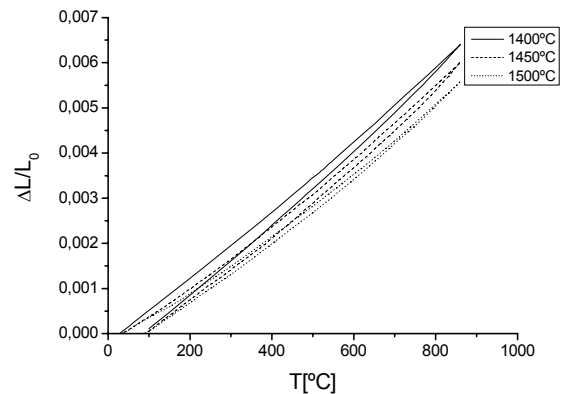


Fig.6. Dilatometrías de las piezas de ZT50 sinterizadas a las previamente a las temperaturas indicadas.

En la figura 7 se pueden observar las micrografías de las muestras de ZT50 sinterizadas a distintas temperaturas después de haberles realizado indentaciones Vickers. En la tabla 2 se muestran los valores de dureza obtenidos para estas muestras. A medida que aumenta la temperatura de sinterización, la dureza disminuye. Este hecho es consecuencia de la

evolución de fases que ocurre en función de la temperatura de sinterización.

Durante el enfriamiento, los materiales que poseen anisotropía cristalográfica en el coeficiente de expansión térmica generan tensiones residuales, las cuales en función del tamaño de grano, originarán mayor o menor microagrietamiento bajo cargas localizadas. Y puesto que a mayor temperatura de sinterización, el tamaño de grano es mayor, esto explicaría que a 1500°C el microagrietamiento bajo cargas localizadas sea mayor que a 1400°C.

Tabla 2. Dureza Vickers de los materiales ZT50 sinterizadas a distintas temperaturas.

	ZT50 1400	ZT50 1450	ZT50 1500
Hv (GPa)	$7,9 \pm 0,2$	$5,7 \pm 0,5$	$5,1 \pm 0,4$

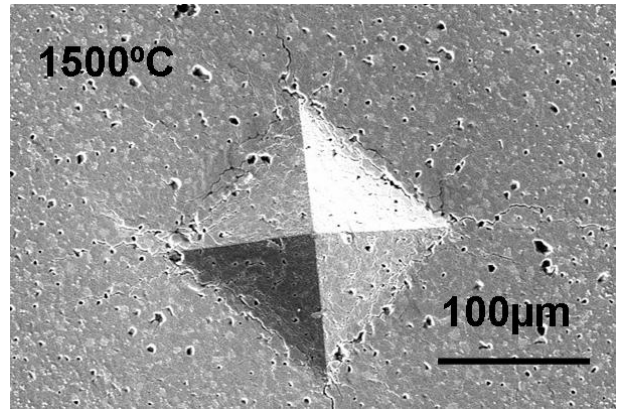
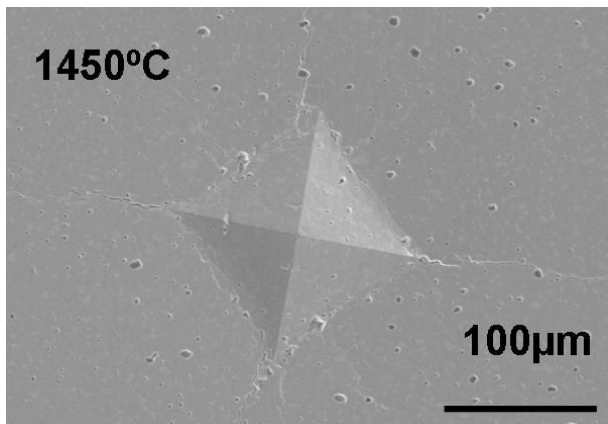
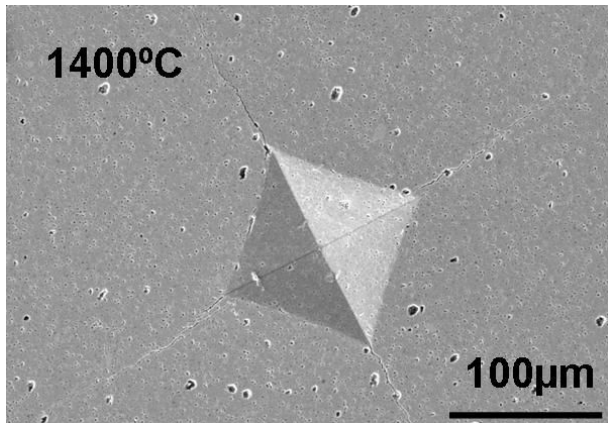


Fig.7. Micrografías de las indentaciones realizadas a las muestras de ZT50 sinterizadas a distintas temperaturas. MEB

4. CONCLUSIONES

Los materiales de titanato de circonio obtenidos por sinterización reactiva de la mezcla equimolar de 3-YTZP y TiO_2 y utilizando una velocidad de enfriamiento de 5°C/min, están constituidos por una matriz homogénea de la fase de baja temperatura de titanato de circonio ($\text{Zr}_5\text{Ti}_7\text{O}_{24}$) en la que hay dispersa una fase ternaria ($\text{Y}_2((\text{Zr}_{0,3}\text{Ti}_{0,7})_2\text{O}_7)$).

Estos materiales presentan valores de coeficiente de expansión térmica similares a los de compuestos de alúmina con un 30% vol. de titanato de aluminio sin presentar microagrietamiento generalizado.

La fase de baja temperatura del sistema 3-YTZP- TiO_2 ($\text{Zr}_5\text{Ti}_7\text{O}_{24}$) puede proponerse como constituyente de bajo coeficiente de expansión térmica en materiales estructurales.

AGRADECIMIENTOS

Este trabajo ha sido realizado gracias a la financiación económica del proyecto: CICYT MAT2006-13480.

REFERENCIAS

- [1] Blasse, G., *Compounds with alpha-PbO₂ structure*, Z. Anorg. Allg. Chem. 345 (1966), pag. 222-225.
- [2] Newnham, R.E., *Crystal structure of ZrTiO_4* , J. Am. Ceram. Soc. 50 (1967), pag. 216.
- [3] Wang, C.L., Lee, H.Y., Azough, F., Freer, R., *The microstructure and microwave dielectric properties of zirconium titanate ceramics in the solid solution system ZrTiO_4 - $\text{Zr}_5\text{Ti}_7\text{O}_{24}$* , J. Mater. Sci. 32 (1997), pag. 1693-1701.
- [4] Wakino, K., Minai, K., Tamura, H., *Microwave characteristics of $(\text{Zr},\text{Sn})\text{TiO}_4$ and $\text{BaO-PbO-Nd}_2\text{O}_3$*

- TiO₂ dielectric resonators*, J. Am. Ceram. Soc. 67 (1984), pag. 278-281.
- [5] Leoni, M., Viviani, M., Battilana, G., Fiorello, A.M., Viticoli, M., *Aqueous synthesis and sintering of zirconium titanate powders for microwave components*, J. Eur. Ceram. Soc. 21 (2001), pag. 1739-1741.
- [6] Park, Y.K., Kim, H.G., *Effect of pressure and electric field on the phase transition in zirconium titanate*, Solid State Commun 102 (1997), pag. 565-568.
- [7] Daly, F.P., Ando, H., Schimtt, J.L., Sturn, E.A., *Hydrodesulfurization over a TiO₂-ZrO₂-supported CoO-MoO₃ catalyst*, J. Catal. 108 (1987), pag. 401.
- [8] Hund, F., *Mixed-phase pigments with ZrTiO₄*. Z. Anorg. Allg. Chem. 525 (1985), pag. 221-229.
- [9] Park, Y., *Thermal expansion and cooling rate dependence of transition temperature in ZrTiO₄ single crystal*, Materials Research Bulletin 33 (1998) pag. 1325-1329.
- [10] Lynch, R. W., Morosin, B., *Thermal expansion, compressibility, and polymorphism in hafnium and zirconium titanates*, J. Am. Ceram. Soc. 55, (1972), pag. 409-413.
- [11] Ikawa, H., Iwai, A., Iruta, K., Shimojima, H., Urabe, K., Udagawa, S., *Phase transformation and thermal expansion of zirconium and hafnium titanates and their solid solutions*, J. Am. Ceram. Soc. 71, (1988), pag. 120-127.
- [12] Bueno, S., Baudin, C., *Fracture mechanisms in laminates in the alumina-titania system*, Fractography of Advanced Ceramics II Key Engineering Materials 209 (2005), pag. 208-213.
- [13] Bueno, S., Baudin, C., *Layered materials with high strength and flaw tolerance based on alumina and aluminium titanate*, J. Eur. Ceram. Soc. 27 (2007), pag. 1455-1462.
- [14] Sowman, H. G., Andrews, A. I., *A study of the phase relations of ZrO₂-TiO₂ and ZrO₂-TiO₂-SiO₂*, J. Am. Ceram. Soc. 34 (1951), pag. 298-301.
- [15] Brown Jr., F. H., Duwez, P., *The zirconia-titania system*, J. Am. Ceram. Soc. 37 (1954), pag. 129-132.
- [16] Coughanour, L. W., Roth, R. S., DeProsse, V. A., *Phase equilibrium relations in the systems lime-titania and zirconia-titania*, J. Res. Natl. Bur. Stand. (U.S.) 52 (1954), pag. 37-42.
- [17] Noguchi, T., Mizuno, M., *Phase changes in the ZrO₂-TiO₂ system*, Bull. Chem. Soc. Japan 41 (1968), pag. 2895-2899.
- [18] Bannister, M. J., Barnes, J. M., *Solubility of TiO₂ in ZrO₂*, J. Am. Ceram. Soc. 69 (1986), pag. c268-c271.
- [19] Gurauskis, J., *Desarrollo de materiales laminados de alúmina-circona reforzados por tensiones residuales*, Tesis Doctoral. Universidad Autónoma. Madrid (2006), pag. 45.
- [20] Lin, C.L., Gan, D., Shen, P., *The effects of TiO₂ addition on the microstructure and transformation of ZrO₂ with 3 and 6 mol.% Y₂O₃*, Mater. Sci. Eng. A 129 (1990), pag. 147-155.
- [21] Colomer, M.T., Durán, P., Caballero, A., Jurado, J.R., *Microstructure, electrical porpoerties and phase equilibria relationships in the ZrO₂-Y₂O₃-TiO₂ system: the subsolidus isothermal section at 1500°C*, Mater. Sci. Eng. A 229 (1997), pag. 114-122.
- [22] Feighery, A. J., Irvine, J. T. S., Fagg, D. P., Kaiser, A., *Phase relations at 1500°C in the ternary system ZrO₂-Y₂O₃-TiO₂*, J. Solid State Chem. 143 (1999), pag. 273-276.
- [23] Bordet, P., McHale, A., Santoro, A., Roth, R. S., *Powder neutron diffraction study of ZrTiO₄, Zr₅Ti₇O₂₄, and FeNb₂O₆*, J. Solid State Chem., 64 (1986), pag. 30-46.
- [24] Azough, F., Freer, R., Petzelt, J., *A raman spectral characterization of ceramics in the system ZrO₂-TiO₂*, J. Mat. Sci., 28 (1993), pag. 2273-2276.
- [25] Azough, F., Wright, A., Freer, R., *The microstructure and dielectric properties of Zr₅Ti₇O₂₄ ceramics*, J. Solid State Chem. 108 (1994), pag. 284-290.
- [26] López-López, E., Baudin, C., Moreno, R., *Synthesis of Zirconium Titanate based materials by Colloidal Filtration and Reaction Sintering*, Int. J. of App. Ceram. Tech. in press.
- [27] McHale, A. E., Roth, R. S., *Investigation of the phase transition in ZrTiO₄ and ZrTiO₄-SnO₂ solid solutions*, J. Am. Ceram. Soc. 66 (1983), pag. c18-c20.
- [28] McHale, A. E., Roth, R. S., *Low-temperature phase relationships in the system ZrO₂-TiO₂*, J. Am. Ceram. Soc. 69 (1986), pag. 827-832.
- [29] Bueno, S., *Desarrollo de materiales laminados de alúmina-titanato de aluminio con aplicaciones estructurales*, Tesis Doctoral. Universidad Autónoma. Madrid (2005), pag 134-135.

DEFORMACIÓN A ALTA TEMPERATURA DE NANOCOMPOSITES Al_2O_3 -YAG Y Al_2O_3 -SiC-YAG OBTENIDOS POR SPS.

I. Álvarez¹, R. Torrecillas²

¹Instituto Nacional del Carbón,
Francisco Pintado Fe, 26,
33011 Oviedo. España
E-mail: isabelalvarez@incar.csic.es

²Instituto Nacional del Carbón,
Francisco Pintado Fe, 26,
33011 Oviedo. España
E-mail: rtorre@rtorre.com

RESUMEN

Se han obtenido materiales densos Al_2O_3 -YAG y Al_2O_3 -YAG-SiC mediante sinterización por SPS. Dichos materiales han sido caracterizados microestructuralmente por técnicas de DRX y MEB y se les ha medido su dureza Vickers. Se ha determinado también la resistencia a la flexión y la deformación a 1300°C y 30-210 MPa de los composites Al_2O_3 -YAG.

ABSTRACT

Full dense Al_2O_3 -YAG and Al_2O_3 -YAG-SiC materials have been obtained by SPS. Microstructure of these materials have been characterised by XRD and SEM as well as Vickers hardness. Flexure strength and deformation at 1300°C and 30-210 MPa of Al_2O_3 -YAG composites was also determined.

1. INTRODUCCIÓN

Existen numerosas referencias en la literatura de la limitación que presentan los materiales cerámicos en su uso como elementos estructurales a temperaturas elevadas. Dicha limitación es debida principalmente a su baja resistencia a la termofluencia o *creep* [1].

El efecto de los dopantes en la microestructura y el comportamiento en fluencia de la alúmina han sido el objetivo de numerosas investigaciones durante los últimos 30 años [2,3,4]. Recientemente, se ha hecho especial hincapié en el comportamiento de la alúmina dopada con itrio. De tales investigaciones se ha concluido que el dopado con itrio en alúmina de ultra alta pureza tiene un efecto beneficioso en su deformación a alta temperatura [3]. En recientes publicaciones, como la realizada por el Dr. Torrecillas y sus colaboradores, el dopado de Al_2O_3 con un 2.8 % en peso de Y_2O_3 , que reacciona para formar nanopartículas de YAG (6% en peso) disminuye en un orden de magnitud la velocidad de deformación[4].

Asimismo, se ha comprobado en diversos estudios que la adición de una segunda fase nanométrica mejora la resistencia a la deformación a altas temperaturas de la Al_2O_3 [5]. Dentro de este marco cabe destacar los trabajos del profesor K. Niihara y sus colaboradores [6], quienes consiguieron reducir la deformación por creep de la alúmina en varios órdenes de magnitud mediante la adición de una segunda fase nanométrica de carburo

de silicio. La explicación de tal mejora se atribuye a que las nanopartículas ejercen un efecto de *pinning*, bloqueando los procesos de difusión a través de los que tiene lugar la deformación.

Sin embargo, dichos sistemas binarios requieren condiciones drásticas para ser sinterizados y poder alcanzar densidades cercanas a la teórica. Generalmente estos materiales necesitan altas temperatura y presión para densificar por lo que suelen emplearse técnicas como el Hot Pressing o el Hot Isostatic Pressing para su sinterización. Recientemente se está comenzado a aplicar en materiales cerámicos la Sinterización por Spark Plasma (SPS). Esta técnica calienta la muestra presionada de manera uniaxial mediante pulsos de corriente continua, con lo que se alcanzan velocidades de calentamiento de hasta 600K/min. Esto permite obtener cuerpos completamente densos en períodos cortos de tiempo [7].

El objetivo de este trabajo es obtener materiales densos de Al_2O_3 -YAG y Al_2O_3 -YAG-SiC, sinterizados mediante la técnica SPS. Estos materiales han sido caracterizados microestructural y mineralógicamente mediante DRX y MEB. Se ha medido su microdureza, y en el caso de los materiales de Al_2O_3 -YAG se ha determinado su resistencia a la flexión y su deformación a 1300°C y diferentes tensiones (30-210 MPa).

2. PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL

2.1 Dopado de Al_2O_3 .

α -Alúmina (Taimei TM-DAR Japan, $d_p = 162$ nm) ha sido dopada con un precursor de Y_2O_3 (metoxi-etóxido de Itrio, ABCR, Germany) con un porcentaje equivalente a un 2,8% en peso de Y_2O_3 (6% en peso de YAG). Para ello se ha empleado el método de dopaje coloidal con alcóxidos, implementado por el Dr. Martin Schelh y sus colaboradores [8,9], cuyos pasos se detallan a continuación:

1. Se prepara una dispersión 1:1 de polvo de α -alúmina en etanol absoluto (99.97%) en un agitador, para homogeneizar la suspensión y evitar la formación de aglomerados.
2. Seguidamente, empleando un calentador-agitador magnético se continúa la agitación a la temperatura de 30 °C y se va dosificando lentamente la disolución del precursor de itria en etanol en atmósfera de N_2 para evitar su hidrólisis con la humedad ambiental.
3. A continuación se aumenta la temperatura hasta 70 °C manteniendo la agitación, para eliminar el etanol, obteniendo una pasta viscosa que no decanta.
4. Dicha pasta se seca a 120 °C en estufa durante 24h para terminar de evaporar el alcohol residual.
5. El producto seco se desaglomera utilizando un mortero de alúmina y un tamiz de 150 μ m de luz de malla, como paso previo a su calcinación.
6. El polvo obtenido se calcina en horno a 850°C durante 2h con el fin de eliminar los restos orgánicos.
7. El polvo calcinado se muele en molino de atrición con bolas de alúmina durante una hora al 30% de sólidos en 2-propanol.
8. Una vez atricionado el producto se seca mediante agitación y calefacción, terminando el secado en la estufa a 120°C durante 24h.
9. Posteriormente, se tamiza < 63 μ m.

2.2 Preparación del polvo cerámico de Al_2O_3 -SiC- Y_2O_3 .

Se preparó polvo cerámico de alúmina- Y_2O_3 -SiC a partir de la alúmina dopada con itria según el procedimiento anterior y de carburo de silicio de tamaño nanométrico (n-SiC, Hubei, $d_p < 100$ nm). El porcentaje añadido de SiC fue de un 17% vol. El procedimiento seguido para ello se detalla a continuación:

1. Se prepara una dispersión 1:1 de polvo de alúmina dopada en etanol absoluto (99.97%) en un agitador magnético para homogeneizar y liberar de aglomerados. Dicha dispersión se somete a ultrasonidos durante 1 o 2 minutos y se continúa agitando.

2. Se prepara una dispersión 1:1 de polvo de n-SiC en etanol absoluto (99.97%) al igual que en el paso anterior.
3. Se mezclan ambas dispersiones manteniendo la agitación. Se somete la mezcla a una fase de atrición con bolas de alúmina durante una hora.
4. Se moltura la mezcla durante 48h en molino de bolas con el fin de homogeneizar la dispersión.
5. La barbotina se separa de las bolas de alúmina y se seca bajo agitación-calefacción hasta conseguir una pasta espesa.
6. Dicha pasta se seca en estufa a 60°C durante 24h y posteriormente a 120°C otras 24 horas.
7. El polvo seco se moltura en mortero de alúmina y tamiza a < 63 μ m.

2.3 Sinterización de nanocomposites Al_2O_3 -YAG y Al_2O_3 -SiC-YAG por SPS

El polvo cerámico de Al_2O_3 - Y_2O_3 y de Al_2O_3 - Y_2O_3 -SiC fue sinterizado por SPS a 1600°C y 80 MPa en vacío, obteniéndose composites cerámicos densos de Al_2O_3 -YAG y Al_2O_3 -YAG-SiC.

2.4. Caracterización de los materiales obtenidos.

Los materiales obtenidos fueron caracterizados mineralógicamente mediante DRX (Siemens® D5000) y SEM (ZEISS® modelo DSM 942). Su caracterización mecánica consistió en la medida de su microdureza Vickers por indentación (BUEHLER® micromet 5103), empleando una carga de 200g durante 10 segundos.

Se ha medido también resistencia a la flexión y la deformación (%) por fluencia a 1300°C de los composites de Al_2O_3 -YAG. Las medidas fueron realizadas en una máquina de ensayos (Instron 8562) empleando para ello un dispositivo de flexión en cuatro puntos, con una separación entre apoyos externos e internos de 28 y 14mm respectivamente. Las dimensiones de las probetas ensayadas fue de 4*3*35 mm, con la cara inferior pulida con pasta de diamante <3 μ m y los bordes achaflanados. El rango de tensiones aplicado para los materiales de Al_2O_3 -YAG fue de 30 a 210 MPa de 0 a 65h.

3. RESULTADOS Y DISCUSIÓN

3.1 Sistema Al_2O_3 -YAG.

Los resultados del análisis por rayos X muestran la evolución de polvo de Al_2O_3 - Y_2O_3 . Tal y como puede comprobarse en la figura (1a), tras la calcinación, el precursor ha reaccionado para formar Y_2O_3 en la superficie de la alúmina. Una vez sinterizados los materiales el difractograma muestra que la totalidad de la itria ha reaccionado con la alúmina para formar YAG, siendo éste y la α -alúmina las únicas fases cristalinas presentes en el sistema (Figura 1b).

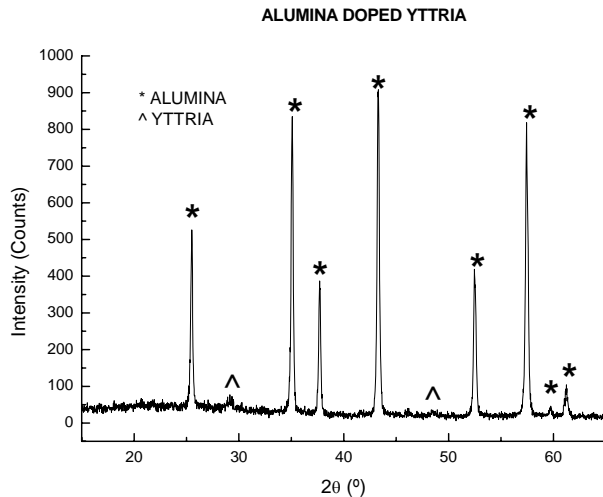


Figura 1a. DRX del polvo cerámico de alumina dopada con Y_2O_3 calcinado a 850°C/2h.

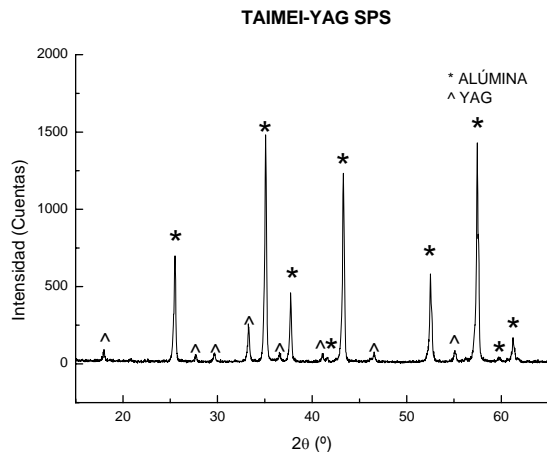


Figura 1b. DRX del composite Al_2O_3 -YAG sinterizado por SPS 1600°C/80 MPa.

Las imágenes MEB de los materiales sinterizados muestran unos composites con un tamaño de grano de la matriz de aproximadamente $2.5\mu m$ y de 200nm en la segunda fase. La disposición de las partículas de YAG dentro de la matriz es principalmente en los puntos triples y fronteras de grano de la alúmina. Sin embargo el porcentaje de partículas de segunda fase dentro de grano resulta relativamente elevado (33%).

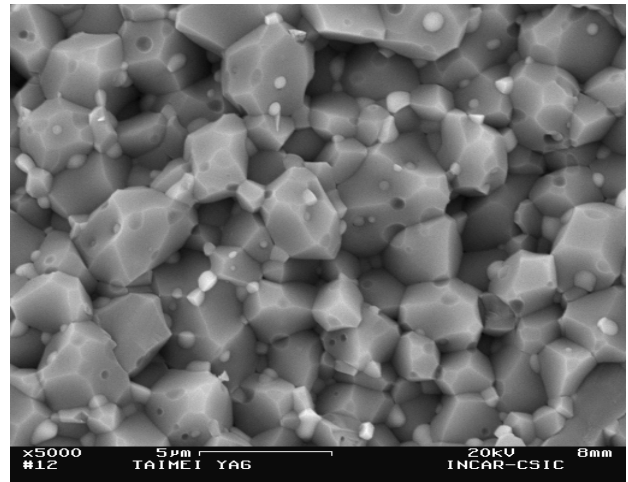


Figura 2a. Imagen MEB de la superficie de fractura del composite Al_2O_3 -YAG sinterizado por SPS 1600°C/80MPa .

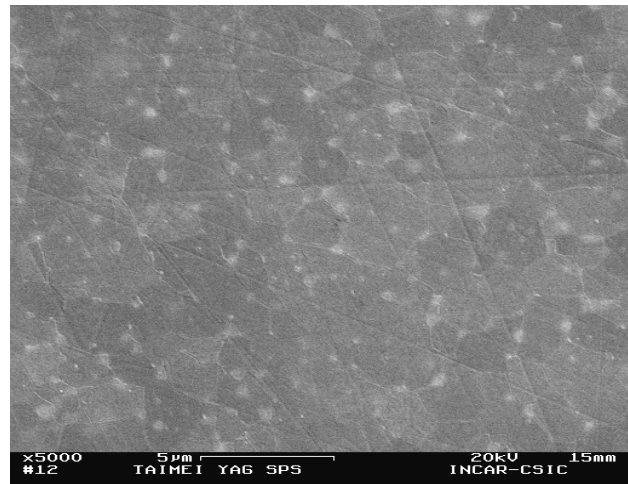


Figura 2b. Imagen MEB de la superficie pulida del composite Al_2O_3 -YAG sinterizado por SPS 1600°C/80MPa .

La microdureza de los composites de Al_2O_3 -YAG resultó de 21.40 GPa.

La resistencia a la flexión de los composites de Alúmina-YAG fue en promedio de 503MPa, lo que equivale a un aumento de 108 MPa con respecto a la resistencia de una alúmina sin dopar sinterizada por el mismo tratamiento.

3.2 sistema Al_2O_3 -YAG-SiC.

Los análisis por DRX de los composites de Al_2O_3 -YAG-SiC muestran que durante la sinterización se ha consumido gran parte del Y_2O_3 , por lo que únicamente se intuye el pico máximo del YAG en el difractograma. Dicho fenómeno se atribuye a la formación de una pequeña (<1%) cantidad de fase vítrea dentro del sistema Al_2O_3 - Y_2O_3 - SiO_2 por reacción de la itria del precursor con la sílice residual del carburo de silicio.

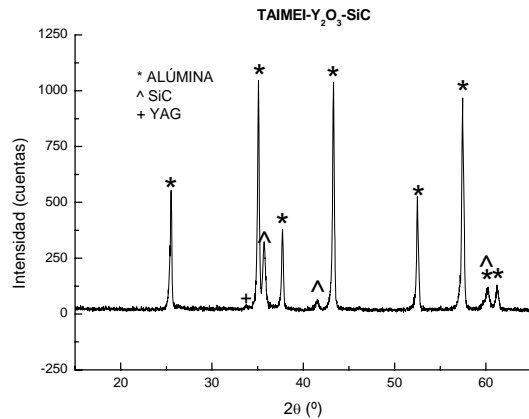


Figura 3. DRX del composite Al_2O_3 -YAG-SiC sinterizado por SPS 1600°C/80MPa.

En las imágenes obtenidas mediante microscopio electrónico de barrido, se puede observar que en el composite final, el tamaño de grano nanométrico de la alúmina con una segunda fase de carburo de silicio homogéneamente distribuida y también nanométrica.

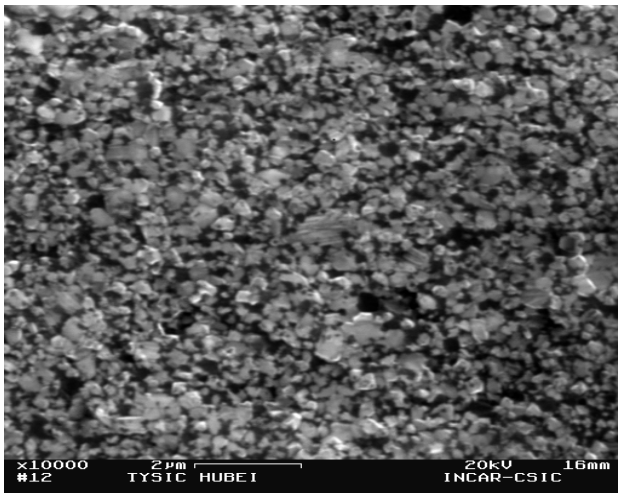


Figura 4a. Imagen MEB de la superficie de fractura del composite Al_2O_3 -YAG-SiC sinterizado por SPS 1600°C/80MPa.

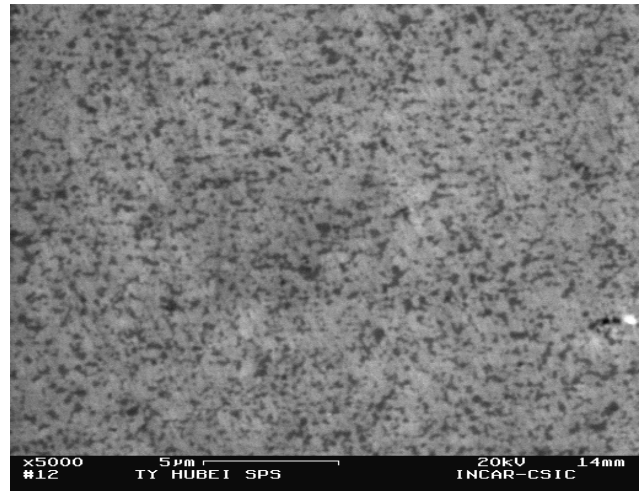


Figura 4b. Imagen MEB de la superficie pulida del composite Al_2O_3 -YAG-SiC sinterizado por SPS 1600°C/80MPa.

La microdureza obtenida para los composites de Al_2O_3 -YAG-SiC es de 19.47 GPa. Dicho valor resulta ligeramente inferior del que cabría esperar teniendo en cuenta que apenas supera la microdureza de una alúmina de elevada pureza. Este resultado se atribuye a que la formación de la fase vítrea, aún estando presente en bajas proporciones, haya disminuido la dureza del material.

3.3 Sistema Al_2O_3 -YAG .deformación a alta temperatura.

En la figura 5 puede observarse las curvas de deformación vs. Tiempo a 1300°C y diferentes esfuerzos obtenidos para la Al_2O_3 -YAG. Los diagramas muestran únicamente las fases de creep primario y secundario. Para las muestras de alúmina, los ensayos transcurrieron sin fractura de la probeta para esfuerzos inferiores a 190 MPa, lo que supone que con un pequeño porcentaje de YAG el material resiste el doble de tensión que la alúmina monocristalina.

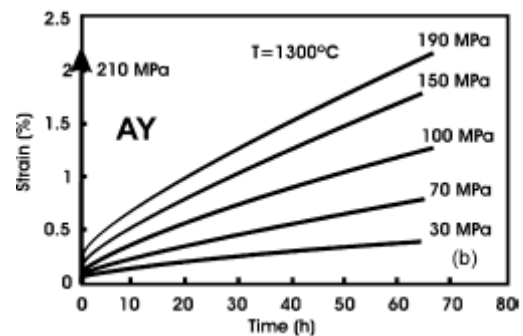


Figura 5. curvas de deformación del composite Al_2O_3 -YAG a 1300°C

4. CONCLUSIONES.

Se han obtenido composites cerámicos densos sinterizados por SPS dentro de los sistemas Al_2O_3 -YAG

y $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-Y}_2\text{O}_3\text{-SiC}$. Los materiales obtenidos presentan un tamaño de grano nanométrico o submicrométrico en, al menos, una de sus fases. En el caso de los composites de $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-YAG}$ el material presenta un alto porcentaje de YAG intragranular. Cabe destacar la obtención de materiales en el sistema $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-Y}_2\text{O}_3\text{-SiC}$ con verdadera nanoestructura en todas sus fases.

Se ha estudiado la evolución de las fases cristalinas para los materiales obtenidos. Dicha evolución fue la esperada para el sistema $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-YAG}$ (Toda la itria del sistema reaccionó con la alúmina para formar YAG). Para los composites $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-YAG-SiC}$ las fases cristalinas obtenidas fueron Al_2O_3 , YAG y SiC, además de alguna fase vítrea formada por reacción de la SiO_2 con la alúmina y la itria.

Los composites de alúmina YAG presentaron altos valores de resistencia a la fractura y de dureza Vickers, mejorando notablemente su comportamiento mecánico con respecto al de la alúmina monolítica. No sucedió lo mismo para el caso de los materiales $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-YAG-SiC}$ donde la dureza presentó un valor relativamente bajo debido a la formación de una pequeña cantidad de vidrio por reacción de la Al_2O_3 y el YAG con la sílice residual del carburo de silicio. En trabajos posteriores deberá profundizarse en el estudio del diagrama de fase $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-SiO}_2\text{-Y}_2\text{O}_3$ con el fin de evitar la formación de estas fases imprevistas que disminuyen la dureza de los composites.

Se ha medido la deformación de los materiales de alúmina-YAG a 1300°C a tensiones comprendidas entre 30 y 210 MPa durante 65h. Se ha obtenido que los ensayos transcurrían sin rotura de probeta hasta valores de 190 MPa.

REFERENCIAS

- [1] Timms L.A., Ponton C.B.. *Processing of $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{SiC}$ nanocomposites- part1: aqueous colloidal processing*. Journal of American Ceramic Society, vol. 22, 2001, pages 1553-1567.
- [2] R. Torrecillas., M. Schehl, L.A. Díaz a, J.L. Menéndez a, J.S. Moya. *Journal of the European Ceramic Society* 27 (2007) 143–150.
- [3] Hassanzadeh S.A, Taheri-Nassaj E., Sarpoolaky H. *Synthesis of an alumina–YAG nanopowder via sol–gel method*. Journal of Alloys and Compounds, In Press, Corrected Proof, Available online 16 February 2007.
- [4] Descamps P., Sullivan D.O., Poorteman M., Descamps J.C., Leriche A. and Cambier F. *Creep behaviour of $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-SiC}$ nanocomposites*. Journal of the European Ceramic Society, vol. 19, issues 13-14, October 1999, pages 2475-2485.
- [5] Zhao J., Stearns L.C., Harmer M.P., Chang H.M., Miller G.. *Mechanical Behaviour of Alumina-Silicon Carbide Nanocomposites*. Journal of the American Ceramic society, vol. 76, issue 2, 1993, pages 503-510.
- [6] NIIHARA K., *New design concept of structural ceramics-ceramic nanocomposites*. J.Ceram.Soc. Jpn., Vol. 99 (1991) 974-982.
- [7] Spark Plasma Sintering System-SPS <http://www.fct-keramik.de/HPD-engl.pdf> (2007).
- [8] SCHEHL M. *Nanocomposites de alúmina*. Tesis doctoral Universidad de Oviedo. Oviedo. 2001. page 200.
- [9] ALVARADO, M.H. *Sinterización y desarrollo microestructural de compuestos nanoestructurados $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-YAG}$* . Tesis doctoral Universidad de Oviedo. Oviedo. 2004, page , 95-211, .

COMPORTAMIENTO MECÁNICO DE LAMINADOS DE Al_2O_3 PRODUCIDOS POR *SLIP CASTING* SOBRE SUSTRATOS DE $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-(ZrO}_2)_x$

P. Parente², Y. Ortega³, B. Savoini¹, M. A. Monge¹, A. Tucci², L. Esposito², A. J. Sánchez-Herencia⁴

¹Departamento de Física, Universidad Carlos III de Madrid, 28911, Leganés, Spain

²ENEA Centro Ricerche Bologna, 40129 Bologna, Italy

³Dpto. de Física de Materiales, Facultad de Ciencias Físicas, Univ. Complutense de Madrid, 28040, Madrid, Spain

⁴Instituto de Cerámica y Vidrio, Consejo Superior de Investigaciones Científicas, 28049, Madrid, Spain

RESUMEN

Se han preparado laminados recubriendo con láminas de Al_2O_3 sustratos de $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-(ZrO}_2)_{X\text{vol}\%}$ mediante la técnica de *slip-casting*. El efecto del contenido de ZrO_2 en la resistencia mecánica del laminado, el origen de su degradación y las características de la fractura del laminado se han investigado con las técnicas de nano-indentación, difracción de rayos X, microscopía electrónica de barrido y espectroscopia de aniquilación de positrones.

Se ha observado la formación de grietas en los recubrimientos normales a su superficie para contenidos de ZrO_2 en el sustrato superiores a ~ 10 vol%. Estas grietas atraviesan la frontera del Al_2O_3 / $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-(ZrO}_2)_{X\text{vol}\%}$ y se bifurcan en grietas paralelas a la frontera. Se ha encontrado que para sustratos con contenidos de zirconia $X \geq 30$ vol% se produce deslaminación. Las medidas de nano-indentación realizadas en planos transversales y a lo largo de líneas perpendiculares a la del Al_2O_3 / $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-(ZrO}_2)_{X\text{vol}\%}$ muestran en la región de la frontera un mínimo en la nanodureza y en el módulo elástico, para valores de X superiores a ~ 15 vol%. Este comportamiento se correlaciona con las tensiones residuales generadas durante la síntesis del material. Las medidas de aniquilación de positrones revelan un aumento de la concentración y variación en el tipo de defectos en los laminados cuando el contenido de ZrO_2 del sustrato aumenta.

ABSTRACT

Al_2O_3 coatings onto $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-(ZrO}_2)_{X\text{vol}\%}$ for X ranging from 0 to 30 vol % have been prepared by slip-casting. Positron lifetime (PALS), coincidence Doppler broadening (CDB), nanoindentation, X-ray diffraction and indentation experiments along with SEM observations, have been performed to determine the effect ZrO_2 on the laminate properties and on the development of residual stresses at the interface layers.

SEM observations performed on the cross-sectional area of the laminate samples reveal the presence of cracks perpendicular to the substrate surfaces for $X_{\text{ZrO}_2} \geq 10$ vol%. These tunnelling cracks penetrate the $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-(ZrO}_2)_{X\text{vol}\%}$ substrate and bifurcate close up and parallel to the coating/substrate interface. The crack growth induced by differences on the thermal expansion coefficient at the interface depends on the ZrO_2 content in the substrate, $\alpha_{\text{Al}_2\text{O}_3} < \alpha_{\text{Al}_2\text{O}_3 + \text{ZrO}_2} < \alpha_{\text{ZrO}_2}$. Lack of cohesion at the interface observed in the case of substrates with 30 vol % of ZrO_2 is probably due to an enhancement of the internal residual stress in the Al_2O_3 coatings. The positron annihilation experiments showed an increase of the defect concentration and the type of defects in the laminate materials increasing the ZrO_2 content in the substrate.

PALABRAS CLAVE: slip-casting, laminados, nanoindentación, propiedades mecánicas, tensiones residuales.

1. INTRODUCCIÓN

Los laminados han despertado un gran interés en los últimos años por sus buenas propiedades mecánicas, que llegan a superar tanto la resistencia mecánica como la tenacidad de los materiales cerámicos monolíticos convencionales. Actualmente se desarrolla una intensa actividad investigadora sobre las características microestructurales responsables de sus propiedades para mejorar sus propiedades mecánicas, optimizando el sinterizado, la microestructura, la composición y el número de capas [1,2].

En materiales laminados fuertemente cohesionados, las diferencias entre los coeficientes de dilatación térmica, los módulos elásticos, las estructuras cristalográficas, y los cambios de fase o reacciones químicas entre los materiales constituyentes producidos durante la sinterización, producen la aparición de tensiones residuales en el laminado. Está bien establecido en la literatura que la aparición de tensiones superficiales controladas originan un aumento de la resistencia mecánica de los materiales cerámicos [3].

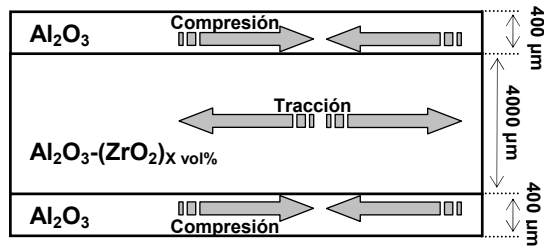


Figura 1. Esquema del laminado mostrando las tensiones de tracción y compresión presentes.

Actualmente, se intentan desarrollar materiales laminados que aprovechen la función inhibitoria de las tensiones inducidas en la propagación de grietas, para aumentar su tenacidad y su capacidad para absorber energía [2]. Una técnica especialmente apropiada para la producción de laminados cerámicos es la técnica de “*slip-casting*”. Sus ventajas consisten en permitir un fácil control del espesor de la lámina, controlar la composición del laminado, fabricar formas complicadas en un solo paso, y ser de bajo coste.

Las diferencias en los coeficientes de expansión térmica entre las distintas fases de una lámina y entre las láminas vecinas que componen el laminado producen tensiones residuales. Así, en la fase o lámina de menor expansión térmica se desarrollan tensiones residuales de compresión, mientras que en la de mayor coeficiente de expansión térmica se originan tensiones residuales de tracción; siendo su magnitud proporcional a la diferencia entre los coeficientes constituyentes de cada una. Adicionalmente, el campo de tensiones residuales total del laminado es afectado por diferencias en las constantes elásticas de las fases/láminas, distintas variaciones de volumen durante el sintetizado (*shrinkage*) de las fases/láminas, y por la geometría final del laminado, haciendo muy complicado predecir su valor. Sin embargo, su estudio es necesario si se desea impedir el agrietamiento y la deslaminación del material [4].

Este trabajo investiga los efectos de las tensiones residuales en las propiedades mecánicas y la integridad de los laminados de Al_2O_3 con $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-(ZrO}_2\text{)}_{x\text{vol\%}}$ producidos mediante *slip-casting*. Este sistema permite estudiar el efecto de las tensiones residuales de forma controlada al poder controlar su magnitud en función del volumen de zirconia presente en la lámina.

2. EXPERIMENTAL

Se han preparado laminados cerámicos mediante la técnica de *slip-casting* recubriendo una lámina de $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-(ZrO}_2\text{)}_{x\text{vol\%}}$ de espesor $\sim 4000\text{ }\mu\text{m}$ con dos láminas de Al_2O_3 de espesor $\sim 400\text{ }\mu\text{m}$ en configuración simétrica, con $X=0, 5, 10, 15, 20, 30\text{ vol\%}$ (ver figura 1).

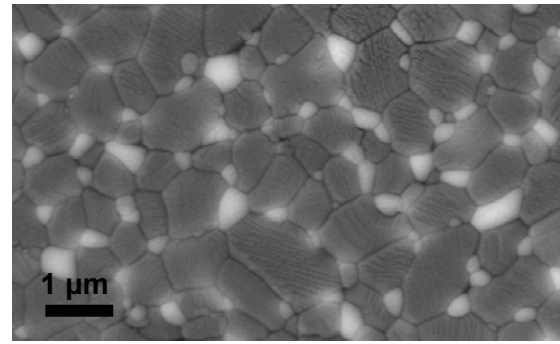


Figura 2. Micrografía SEM-BEI del sustrato de $\text{Al}_2\text{O}_3\text{.(ZrO}_2\text{)}_{15\text{ vol\%}}$ del laminado. El contraste claro corresponde a ZrO_2 y el oscuro a Al_2O_3 .

Los polvos de partida eran $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ (Condea HPA 0.5, USA) y ZrO_2 (TZ-O TOSOH, Japan) en fase monoclinica; ambos de una pureza del 99,9 % y con un tamaño de partícula de $D_{50}=0.25\text{ }\mu\text{m}$ y $D_{50}=0.30\text{ }\mu\text{m}$, respectivamente.

Los laminados de dimensiones superficiales $70\times 70\text{ mm}^2$ se sintetizaron a partir de una suspensión del 38 vol % de polvos de $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ y $\text{Al}_2\text{O}_3\text{.(ZrO}_2\text{)}_{x\text{ vol\%}}$ en agua desionizada con un 0,8 wt % de un poli-electrolito acrílico comercial (Duramax D-3005, Rohm & Hass, USA) mediante la técnica de *slip-casting* secuencial [5]. Los laminados del grosor deseado se obtuvieron tras determinar experimentalmente la cinética de colaje, según la ley:

$$d = k \sqrt{t} \quad (1)$$

siendo d el espesor de la lámina, k la constante de colaje y t el tiempo [6]. Los laminados en verde se presintetizaron a $900\text{ }^\circ\text{C}$ durante 1 hora con una rampa de $5\text{ }^\circ\text{C/min}$. Posteriormente se dividieron en piezas de $10\times 10\text{ mm}^2$ y se sinterizaron a 1500°C durante dos horas con una rampa de $5\text{ }^\circ\text{C/min}$. Los laminados cerámicos finales presentaron una densidad relativa del $\sim 98\%$, obtenidas mediante los métodos de Arquímedes y de picnometría de He.

Las fases cristalográficas presentes en los laminados se determinaron mediante difracción de rayos-X (Cu $K\alpha_{1,2}$, Philips PW 3830, Nederland). En todos los casos la alúmina se encontró en forma de $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ y la ZrO_2 en fase monoclinica.

La microestructura de los laminados se observó mediante microscopía de barrido (SEM), microscopía óptica, y microanálisis por EDX en muestras pulidas y atacadas térmicamente. Al ser los granos de los laminados equiaxiales, el tamaño de grano, D , se obtuvo calculando el diámetro del círculo de área equivalente a la del grano, promediando entre 150 granos.

Las características mecánicas del material se determinaron mediante medidas de nanoindentación con un equipo Nanoindenter IIs, de MTS Systems, equipado con un indentador de geometría Berkovich. Cada muestra se analizó a temperatura ambiente, usando la

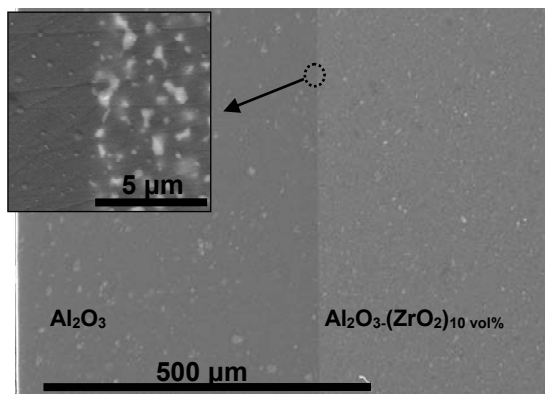


Figura. 3 Micrografía SEM mostrando la frontera entre las láminas Al_2O_3 y $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-(ZrO}_2\text{)}_{10 \text{ vol}\%}$. Se observa una buena adherencia a lo largo de toda la frontera. El contraste más claro de la imagen mostrando un detalle de la frontera corresponde a ZrO_2 .

técnica de indentación continua desarrollada por Oliver y Pethica [7]. En secciones transversales a las muestras se realizaron series de 12 indentaciones, separadas entre sí 25 μm , a lo largo de líneas perpendiculares a las intercaras de alúmina y alúmina/zirconia, en zonas previamente libres de grietas. La carga máxima aplicada fue de 700 mN. Además se determinó la dureza del material mediante indentación Vickers (Zwick 3212, Germany semi-automático) aplicando una carga de 49 N a temperatura ambiente. La tenacidad a la fractura K_{IC} se evaluó mediante la ecuación de Anstis-Chantikul-Lawn-Marshall [8].

Para determinar la naturaleza de los defectos microestructurales presentes en los laminados, y la variación de su concentración, se aplicaron las técnicas de aniquilación de positrones PALS y CDB. Estas medidas se realizaron a temperatura ambiente introduciendo una fuente de Na^{22} de $\sim 10 \mu\text{Ci}$ sellada entre dos láminas de Kapton (10 μm de espesor) entre la superficie externa de Al_2O_3 de dos laminados. El espectro de vidas del positrón se registró con un espectrómetro de coincidencias rápido-rápido con una resolución de 240 ps (FWHM).

Las medidas de CDB se realizaron midiendo la energía del par de fotones γ de la aniquilación del par e^+e^- en dos detectores HP de Ge en coincidencia temporal. La señal fue recogida en un 2D-MCA ajustado al pico de aniquilación de 511 keV al centro de la matriz de 512×512 . El espectro CDB analizado fue la suma de veinte espectros, cada uno con 10^6 cuentas, que no presentaban ninguna deriva de la electrónica. A partir de este espectro se obtuvo uno acumulativo de $\sim 10^7$ cuentas

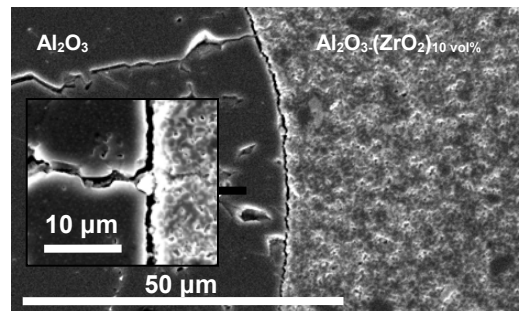


Figura. 4 Micrografía SEM mostrando la decohesión entre las fronteras de las láminas Al_2O_3 y $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-(ZrO}_2\text{)}_{30 \text{ vol}\%}$. El contraste más claro de la imagen mostrando un detalle de la frontera corresponde a ZrO_2 .

resultado de integrar la matriz 512×512 a lo largo de su diagonal y en torno a una franja que cumple la condición:

$$2m_0c^2 - 1.6 \text{ keV} < E_1 + E_2 < 2m_0c^2 + 1.6 \text{ keV} \quad (2)$$

siendo E_1 y E_2 las energías de cada γ del par de aniquilación, m_0 la masa en reposo del electrón y c la velocidad de la luz en el vacío. Con el fin de facilitar la observación del entorno químico de los defectos donde se atrapa y aniquila el positrón, los espectros CDB acumulativos se normalizaron al mismo área y dividieron por el obtenido de un espectro de Al de alta pureza recocido.

3. RESULTADOS Y DISCUSIÓN

La figura 2 muestra una micrografía SEM del sustrato de $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-(ZrO}_2\text{)}_{15 \text{ vol}\%}$ del laminado seccionado, en la que se observa una distribución homogénea de granos de zirconia monoclinica de entre granos de alúmina de mayor tamaño. Los tamaños medios de grano eran: $D_{\text{ZrO}_2} = 0,30 \mu\text{m}$ y $D_{\text{Al}_2\text{O}_3} = 0,76 \mu\text{m}$. Los laminados externos de $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ exhibían un mayor tamaño de grano $D_{\text{Al}_2\text{O}_3} = 1,87 \mu\text{m}$. Esta diferencia se debe a la inhibición del crecimiento de grano de la alúmina en las capas intermedias debido a la presencia de la fase ZrO_2 en sus fronteras.

Tabla 1. Dureza Vickers y tenacidad a la fractura de los sustratos de $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-(ZrO}_2\text{)}_x \text{ vol}\%$ y del bloque de Al_2O_3 sinterizado en idénticas condiciones.

	ZrO ₂ Contenido (vol %)					
	0 %	5 %	10 %	15 %	20 %	30 %
HV (GPa)	15,6	15,7	14,5	14,8	13,8	10,9
K_{IC} (MPa√m)	4,6	3,55	3,97	3,22	4,95	5,84

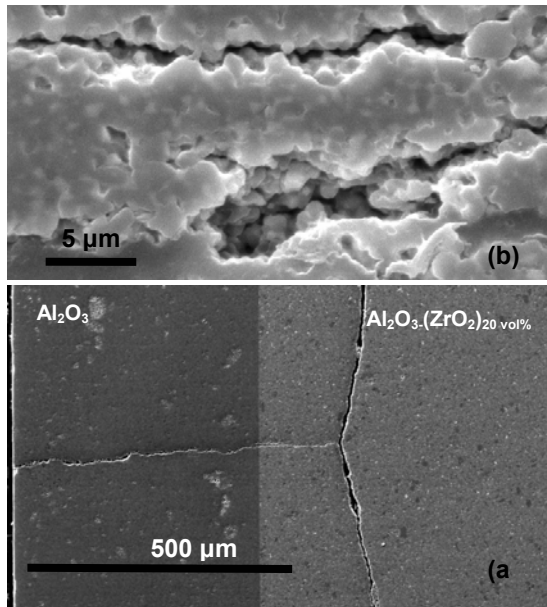


Figura 5. (a) Micrografía SEM mostrando una grieta característica en un laminado con 20 vol% de ZrO_2 . La grieta parte de la superficie, recorre todo el recubrimiento de Al_2O_3 cruzando la frontera, y bifurcándose en el sustrato de $Al_2O_3-(ZrO_2)_{20 \text{ vol\%}}$ a una profundidad característica. (b) Detalle de la grieta en la el sustrato de $Al_2O_3-(ZrO_2)_{20 \text{ vol\%}}$

Para contenidos de ZrO_2 en el sustrato del 0-20 vol % se observó una buena adherencia entre las distintas capas del laminado, como se muestra en la figura 3. Para contenidos superiores de zirconia se observó deslaminado entre los distintos materiales, tal y como muestra la Figura 4.

La pérdida de cohesión entre los componentes del laminado se debe a la presencia de tensiones residuales en las intercara de las fronteras. Las tensiones residuales se generan durante el enfriamiento del laminado al finalizar la fase de sinterizado debido a los diferentes coeficientes de expansión térmica de las láminas, $\alpha_{Al_2O_3} < \alpha_{Al_2O_3+ZrO_2} < \alpha_{ZrO_2}$ [9]. Además, a temperaturas inferiores a $\sim 1200^\circ C$ estos materiales no pueden relajar las tensiones por ningún mecanismo de deformación permanente [10]. Esto causa la aparición de tensiones positivas de tracción en el sustrato $Al_2O_3-(ZrO_2)_{X \text{ vol\%}}$, y negativas de compresión en las capas de Al_2O_3 (ver figura 1). Al las tensiones en el sustrato de $Al_2O_3-(ZrO_2)_{X \text{ vol\%}}$ se oponen las compresiones en las láminas de Al_2O_3 . Durante el proceso de sinterizado aparecen las tensiones debidas a la transformación cristalográfica de la zirconia tetragonal, estable a alta temperatura, a la fase monoclinica estable a temperatura ambiente que produce un incremento en volumen del $\sim 4\%$. Esto permite variar el estado total de tracción-compresión alterando las tensiones residuales finales presentes en el laminado. Si las tensiones residuales en la frontera son suficientemente altas se produce la descohesión en las fronteras de los materiales que componen el laminado, como ocurre para

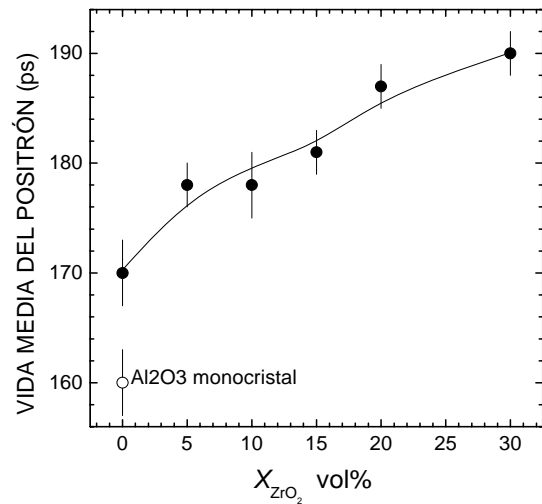


Figura. 6 Vida media del positrón en la lámina de Al_2O_3 en función de la fracción de zirconia en la lámina del $Al_2O_3-(ZrO_2)_{X \text{ vol\%}}$ del laminado. Para referencia se muestra la vida media de positrón en un monocrystal de Al_2O_3 de alta pureza.

concentraciones de $X_{ZrO_2} \geq 30 \text{ vol\%}$, como se observa en la figura 4.

Para concentraciones de $X_{ZrO_2} \geq 10 \text{ vol\%}$, las tensiones residuales dan lugar a la formación de grietas perpendiculares a la intercara en los recubrimientos externos de Al_2O_3 . Como muestra la figura 5(a), las grietas se propagan perpendicularmente desde la superficie de la lámina de Al_2O_3 y cruzan la frontera con $Al_2O_3-(ZrO_2)_{X \text{ vol\%}}$, bifurcándose a una profundidad característica en dos grietas aproximadamente paralelas a la frontera. La figura 5(b) muestra como la grieta parece propagarse por el sustrato, fundamentalmente, de forma intergranular. Para $X_{ZrO_2} \leq 5 \text{ vol\%}$ no se observó la formación de grietas, mientras que para concentraciones $X_{ZrO_2} \geq 30 \text{ vol\%}$ algunas grietas originadas en el lamina de Al_2O_3 se detenían en la frontera debido a la descohesión entre las láminas del laminado, como muestra el detalle de la figura 4. El aumento en el número de grietas con la concentración de zirconia se atribuye al aumento de las tensiones residuales.

En la tabla 1 se muestra la dureza Vickers y la tenacidad a la fractura de los sustratos de $Al_2O_3-(ZrO_2)_{X \text{ vol\%}}$, y del bloque de Al_2O_3 sinterizado en idénticas condiciones. Las medidas se realizaron en la sección transversal, en el sustrato de $Al_2O_3-(ZrO_2)_{X \text{ vol\%}}$ en un punto equidistante de las láminas de Al_2O_3 . El descenso de la microdureza con la concentración de zirconia en el sustrato se debe a la menor dureza de la zirconia. La tenacidad a la fractura K_{IC} del bloque monolítico de Al_2O_3 es superior al mostrado por el sustrato con concentraciones $X_{ZrO_2} < 20 \text{ vol\%}$. Esto se debe a la gran diferencia del tamaño de grano de la alúmina en ambos materiales. Los granos de mayor tamaño pueden

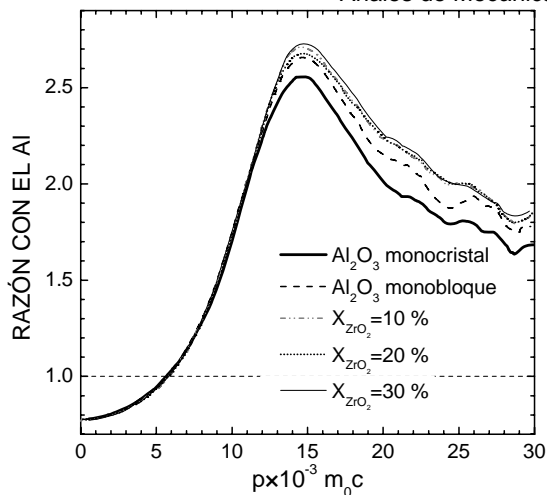


Figura. 7 Espectros CDB de la lámina de Al_2O_3 en función de la concentración de zirconia en el sustrato y para un monocristal de Al_2O_3 .

absorber mejor la energía de fractura, aumentando de forma efectiva el valor de K_{IC} . Sin embargo para $X_{\text{ZrO}_2} = 30 \text{ vol } \%$ se observa un aumento del $\sim 50 \%$ de K_{IC} respecto a las de menor contenido en zirconia, siendo los tamaños de grano similares. Este aumento en la tenacidad a la fractura se debe a la expansión del 4% en volumen, experimentada por la zirconia en su transformación tetragonal \rightarrow monoclinica que origina la aparición de tensiones tangenciales en las fronteras de grano de la matriz. Estos campos de tensiones inducidos se acoplan con el campo de tensiones de la punta de la grieta por medio de la formación de microgrietas que pueden absorber o disipar la energía de la grieta en crecimiento, inhibiendo su propagación [11].

Para determinar la naturaleza de los defectos inducidos por las tensiones residuales, se midió la vida media del positrón en la lámina de Al_2O_3 en función de la concentración de zirconia en el sustrato Al_2O_3 -(ZrO_2) $_{X\text{vol}\%}$, tal como muestra la figura 6. Para compararla con una referencia, se determinó con el mismo sistema PALS la vida en un monocristal de Al_2O_3 de alta pureza, obteniéndose un valor de $\tau_{\text{mono}} = 160 \pm 3 \text{ ps}$, en acuerdo con los valores registrados en la literatura [12]. La mayor vida media del positrón, $170 \pm 3 \text{ ps}$, en el bloque monolítico sinterizado de Al_2O_3 frente al τ_{mono} indica la presencia de defectos en el material sinterizado. La vida media aumenta continuamente al incrementarse la fracción de ZrO_2 en el sustrato, hasta alcanzar un valor de $190 \pm 2 \text{ ps}$ para el laminado con el sustrato de mayor concentración de zirconia, $X_{\text{ZrO}_2} = 30 \text{ vol } \%$. No se observaron componentes largas de vida asociadas a la aniquilación de positrones en cavidades, y no fue posible descomponer el espectro en más de una componente. Esto último sucede cuando hay distintos tipos de defectos con una vida similar compitiendo por atrapar al positrón.

Se realizaron medidas de CDB para determinar el entorno químico de los defectos donde se aniquilan los positrones. La figura 7 muestra los espectros CDB

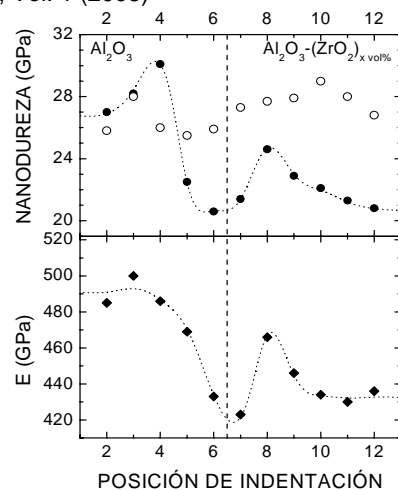


Figura. 8 Nanodureza y módulo de Young (E) realizadas en una sección transversal del laminado. La distancia entre indentaciones consecutivas es de $25 \mu\text{m}$. (●) $X_{\text{ZrO}_2} = 5 \text{ vol } \%$, (○) $X_{\text{ZrO}_2} = 20 \text{ vol } \%$.

$X_{\text{ZrO}_2} = 20 \text{ vol } \%$.

obtenidos para las láminas superficiales de Al_2O_3 en función de la concentración de zirconia en el sustrato, junto al de un monocristal de Al_2O_3 . Este último muestra la contribución esperada de los electrones de valencia de la subred de O^{2-} a la distribución de momentos de los pares de aniquilación e^-e^+ en las muestras. En la región de bajo momento el espectro CDB normalizado está por debajo de 1, y no se observan diferencias apreciables entre los distintos materiales. En todos los casos los espectros muestran un pico en $14,8 \times 10^{-3} m_0c$ característico de la aniquilación con los electrones de valencia de los iones O^{2-} . La intensidad del pico de $14,8 \times 10^{-3} m_0c$ aumenta ligeramente en intensidad con la concentración de zirconia en el sustrato, estando siempre por encima de la intensidad correspondiente al monocristal. Este resultado junto con el correspondiente aumento de la vida media del positrón indica el aumento de la concentración de defectos estructurales asociados a los iones O^{2-} .

El rango de vidas medias obtenido, entre 170 y 190 ps, con el aumento de X_{ZrO_2} de 0 a 30 vol%, y el comportamiento de los espectros CDB correspondientes solo es compatible con defectos catiónicos, dislocaciones, o aniquilación en fronteras de grano, originados por el incremento de las tensiones residuales en el Al_2O_3 [13]. No se puede atribuir a vacantes aniónicas o sus aglomerados, ya que esto induciría un fuerte descenso de la intensidad del pico correspondiente a $14,8 \times 10^{-3} m_0c$ y un aumento de la intensidad en la región de bajo momento respecto a la del monocristal.

Las curvas de carga-descarga obtenidas mediante medidas de nanoindentación reflejan la distribución microscópica de las tensiones residuales a lo largo de la sección transversal de las muestras. Se observó un aumento en la carga de indentación en las zonas sometidas a tensiones de compresión, y una disminución en las sometidas a tensiones de tracción,

respecto a los materiales sin tensionar [14]. La Figura 8 muestra los perfiles de nanodureza (H) y del módulo de Young (E) medidos a una profundidad de contacto de 800 nm, en dos muestras con distinto contenido de zirconia: $X_{\text{ZrO}_2} = 5 \text{ vol\%}$ y 20 vol\% . Los valores medidos están en acuerdo con los encontrados en otros estudios [15]. Mientras que en la muestra con bajo contenido en zirconia no se aprecian diferencias entre los valores medidos en el recubrimiento y el sustrato, en la muestra con mayor contenido de zirconia se observan diferencias originadas por la diferencia de dureza a ambos lados de la frontera ($H_{\text{Al}_2\text{O}_3} > H_{\text{ZrO}_2}$), y por la presencia de tensiones residuales. Las tensiones de compresión aumentan el valor de la dureza, mientras que tensiones de tracción la disminuyen. En otros estudios anteriores en estos materiales se han encontrado que las tensiones no son uniformes a lo largo de materiales láminas, sino que varían parabólicamente con la distancia desde la superficie, siendo máximas en la frontera [4]. Esto explica el comportamiento observado de la dureza.

4. CONCLUSIONES.

Mediante la combinación de medidas de CDB, PALS, nanoindentación e indentación se ha establecido el efecto de las tensiones residuales inducidas por la diferencia entre coeficientes de expansión térmica y la transformación tetragonal-monoclínica de la zirconia, en laminados cerámicos de Al_2O_3 y $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-(ZrO}_2\text{)}_{X\text{vol\%}}$ producidos por *slip-casting*. Las tensiones residuales producen la descohesión del laminado cuando la concentración de zirconia en el sustrato es $X_{\text{ZrO}_2} \gtrsim 30 \text{ vol\%}$. Concentraciones de

$X_{\text{ZrO}_2} \gtrsim 5 \text{ vol\%}$ originan la formación de grietas. La dureza del sustrato de $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-(ZrO}_2\text{)}_{X\text{vol\%}}$ disminuye con el aumento de la fracción de zirconia; aumentando la tenacidad a la fractura para altas concentraciones de ZrO_2 . Las medidas de nanoindentación han mostrado el gradiente de tensiones residuales a través de la frontera.

Las medidas de aniquilación de positrones muestran un aumento de la concentración de defectos en las láminas de Al_2O_3 al aumentar el contenido de zirconia en el sustrato. Estos defectos estructurales se encuentran asociados a los aniones O^{2-} .

AGRADECIMIENTOS

Este trabajo ha sido financiado por la Dirección General de Universidades e Investigación de la Comunidad de Madrid mediante el programa ESTRUMAT-CM (MAT/77).

REFERENCIAS

[1] D. Y. Li, G. J. Qiao, Z. H. Jin *Progress in research on laminated ceramic composites*, Journal of Inorganic Materials, vol. 17-(1), 10-16 (2002)

- [2] R. Bermejo, Y. Torres, C. Baudín, A.J. Sánchez-Herencia, J. Pascual, M. Anglada, L. Llanes, *Threshold strength evaluation on an $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-ZrO}_2$ multilayered system* Journal of the European Ceramic Society, vol. (2-3), 1443-1448 (2007)
- [3] H. M. Chan, *Layered ceramics: Processing and mechanical behavior*, Annu. Rev. Mater. Sci., vol-27, 249-82 (1997)
- [4] G. de Portu, L. Micele, Y. Sekiguchi, G. Pezzotti, Measurement of residual stress distributions in $\text{Al}_2\text{O}_3\text{/3Y-TZP}$ multilayered composites by fluorescence and Raman microprobe piezo-spectroscopy, Acta Materialia, vol. 53, 1511-1520 (2005)
- [5] J. Requena, R. Moreno and J.S. Moya, *Alumina and alumina zirconia multilayer composites obtained by slip casting*, J Am Ceram Soc, vol. 72 (8), 1511-1513 (1989)
- [6] R. Bermejo, C. Baudín, R. Moreno, L. Llanes and A.J. Sánchez-Herencia, *Processing optimisation and fracture behaviour of layered ceramic composites with highly compressive layers*, Composites Science and Technology, vol. 67-(9), 1930-1938 (2007)
- [7] J.B. Pethica y W. C. Oliver, *Mechanical properties of nano-meter volumes of materials: use of the elastic response of small area indentation*, Mater. Res. Soc. Symp. Proc. vol.130, 13-18 (1989)
- [8] C. B. Ponton, R. D. Rawlings, Vickers indentation fracture toughness test. Part 1: Review of literature and formulation of standardised indentation toughness equations, Material Science and Technology vol.5, 865-871 (1989)
- [9] Luigi Bruno, Franco M. Furguele, Carmine Maletta, *An hybrid method for the thermo-mechanical analysis of elastic cracks in two-dimensional heterogeneous materials*, Finite Elements in Analysis and Design, vol. 43, 444 - 452 (2007)
- [10] V. Sergo, D.M. Lipkin, G. De Portu, D.R. Clarke, *Edge stresses in ceramic laminate composites*, J. Am. Ceram. Soc., vol. 80-(7), 1633-1639 (1997)
- [11] N. Claussen, *Effect of induced microcracking on fracture toughness of ceramics*. American Ceramic Society Bulletin, vol. 56, 559-563 (1977)
- [12] C.H. Shek., T.S.Gu, G.M. Lin, J.K.L. Lai, Positron lifetime study of vacancy-type defects in amorphous and polycrystalline nanometer-sized alumina, Appl. Phys. A vol, 66, 413-418 (1998)
- [13] C.H. Shek., T.S.Gu, G.M. Lin, J.K.L. Lai, Positron lifetime study of vacancy-type defects in amorphous and polycrystalline nanometer-sized alumina, Appl. Phys. A vol, 66, 413-418 (1998)
- [14] T.Y.Sui, W. C. Oliver, Pharr GM, *Influences of stress on the measurement of mechanical properties using nanoindentation.I. Experimental studies in an aluminum alloy*, J. Mater. Res, vol. 11, 752-759 (1996)
- [15] E. Jiménez-Piqué, L. Ceseracciu, Y. Gaillard, M. Barch, G. de Portu, M. Anglada, *Instrumented indentation on alumina-alumina/zirconia multilayered composites with residual stresses*, Phil. Mag., vol. 86, 5371-5382 (2006)

INFLUENCE OF THE ELASTIC MISMATCH ON THE HERTZIAN CONE CRACK PROPAGATION IN BRITTLE BILAYERS

L. Ceseracciu¹, M. Anglada¹, E. Jiménez Piqué¹

¹ Departamento de Ciencia de Materiales e Ingeniería Metalúrgica (Universidad Politécnica de Cataluña),
Av. Diagonal, 647,
08028 Barcelona. España
E-mail: luca.ceseracciu@upc.edu

RESUMEN

Acoplar una capa dura y rígida a un sustrato blando es un modo efectivo y obvio de mejorar la resistencia superficial al desgaste de los materiales. Sin embargo, en la estructura compuesta se genera un campo de tensiones que afecta al modo de rotura de la capa externa. En este trabajo se simulan, por medio de un modelo en Elementos Finitos incremental, las grietas cono generadas por contacto romo sobre sistemas formados por dos capas frágiles con el propósito de evaluar la influencia del desajuste elástico sobre la resistencia a la fractura.

Los resultados obtenidos, con el soporte de observaciones experimentales, muestran que la carga crítica de inicio de grieta, la posición de donde esa grieta se genera y la tendencia a propagar en el recubrimiento son significativamente afectadas por el desajuste elástico entre los materiales que componen la bicapa.

ABSTRACT

Coupling a hard and rigid layer with a compliant substrate is an obvious and effective way to improve the surface wear resistance of materials. However, the stress field modification generated by such a composite structure can affect the crack formation and propagation in the surface or at the layers interface. In this work, cone cracks generated by blunt contact on brittle bilayer systems are simulated by means of an incremental Finite Element model, with the purpose of relating the influence of the elastic mismatch on the fracture resistance.

The results obtained, supported by aimed experimental observations, yield a strong dependence on the elastic mismatch of the crack initiation load and location and of the tendency to propagate throughout the coating.

KEYWORDS: bilayers, crack propagation, elastic mismatch

1. INTRODUCTION

In the modern technological design, optimization of materials selection aims to the employment of each class of material where its properties can be better exploited; examples of such philosophy are given by many tribological applications, in which hard and stiff materials, often ceramics, are coupled as thin coatings with tough materials, obtaining thus the best performances from both of the composing materials.

However, the response to mechanical loading of such composite structures is conditioned by the elastic properties of both materials, and in some case is strongly modified, with respect to each of the materials. Moreover, additional parameters are involved in the determination of the modes of damage and of the mechanical resistance, such as the properties of the interface.

One of the most common types of loading, because it is tightly connected with typical applications, is the blunt contact, which can cause loss of functionality or failure in many brittle or semi-brittle materials.

The most spread technique used to study such type of damage is Hertzian indentation [1], either with a sphere or a flat punch [2]. The inhomogeneous, high-graded stress field generated in Hertzian indentation represents very well contact loading, generated in service. Other advantages of indentation are the ability to extract local properties as well as the small amount of materials needed.

Damage produced by such type of loading on monolithic materials can be classified as brittle or quasi-plastic, the former being characterized by ring-cone cracking starting from the contact zone [1], the latter by shear-driven microcracking beneath the indenter [3]. In layered materials, the mentioned stress field modification and the presence of interfaces provoke a number of modes of damage: a) damage can start from the surface as a ring crack, as in the monolithic case, or as a remote ring, due to the stress field modification; b) at the layers interface as radial cracks, caused by bending-like load of a stiff coating; c) within either the substrate or the coating as plastic or quasi-plastic yield [4]. An excellent analysis of the radial and remote-cone cracks initiation was presented by Chai [5]

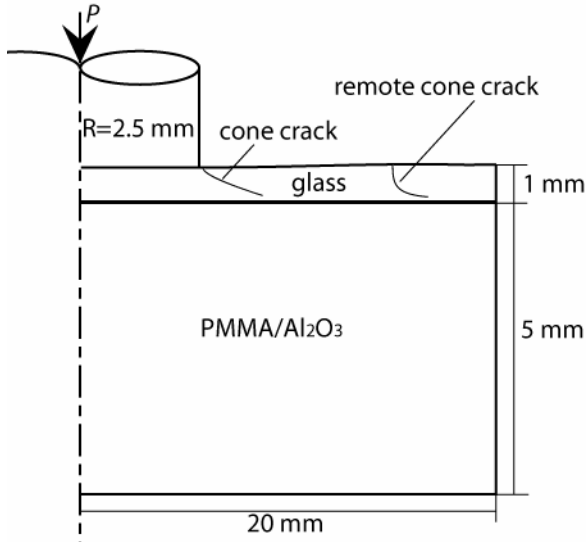


Figure 1. Scheme of the geometry of the composite systems studied.

In this work, the effect of the elastic mismatch between a thin coating (thickness approx. half the indenter radius) and either a stiff or a compliant substrate on the ring-cone crack generated by flat-punch indentation is studied by means of an automated Finite Element model of crack propagation [6]. The stress field modifications affect both the crack initiation (i.e. the ring crack formation) in terms of critical load, initial radius and stability and the geometry of the cone crack, considering the corresponding load and the behaviour as the underlying substrate is approached. The values and considerations inferred this way are verified by experimental observations. The accuracy is hindered by the simplification of representing only brittle cracking in the simulations, but this is necessary in order to isolate the effect of the investigated parameters.

2. EXPERIMENTAL

Flat punch indentation was performed on a servohydraulic universal Instron machine, with a WC-Co 2.5 mm-radius indenter on two bilayer composites, composed by a Swiss glass layer, referred to as “coating layer” (Young’s modulus $E_c=72$ GPa, Poisson’s ratio $\nu_c=0.18$), and either a stiff or a soft coating, respectively of alumina ($E_s=380$ GPa, $\nu_s=0.25$) and PMMA ($E_s=3$ GPa and $\nu_s=0.3$), for E_c/E_s ratios of 0.19 and 24, respectively. The coating was bonded to the substrate by a thin layer of acrylic glue; the common geometry of the systems studied is reported in figure 1.

The outputs of the tests were the indentation load and the crack radius, measured after the test.

Such experiments were aimed to validate and verify the below-presented simulations, directed to the extraction of comprehensive considerations, because the complexity of the damage generated by Hertzian indentation in composite structures makes it hard to

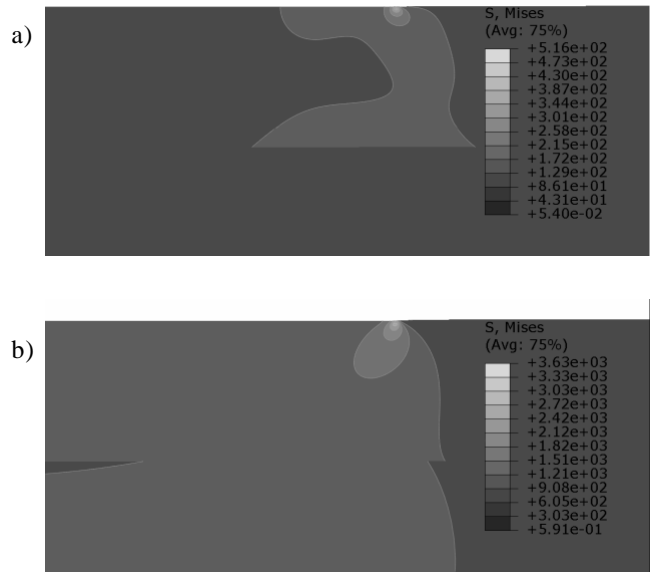


Figure 2. Von Mises stress fields of the systems studied: a) glass on PMMA, b) glass on alumina

obtain exact values, and such limitations must be recognised.

An automatic model of crack propagation was created on the commercial software ABAQUS, version 6.7[7], powered by the use of the built-in programming code Python.

A model of the studied systems was created automatically based on the input geometry; the appropriate boundary conditions were applied and the mesh generated. Such mesh was highly inhomogeneous, finer in the zones of higher stress gradient, namely at the contact zone and at the crack tip, with a 3-to-1 elements transition to facilitate the passage.

A short crack (typically 5 μm long) was placed nearby the contact area, and flat punch indentation was simulated by vertical displacement of the nodes corresponding to the contact zone, while the indentation load was calculated from the reaction force at the same nodes. The fracture energy G and the stress intensity factors K_I , K_{II} were calculated at the crack tip as a direct output of the software, and the propagation angle by the kink criterion [8]:

$$b = -2 \frac{K_{II}}{K_I} \quad (1)$$

For a general approach, the substrate Young’s modulus was treated as a parameter, and the experimental observation were performed in order to confirm some of the values such obtained.

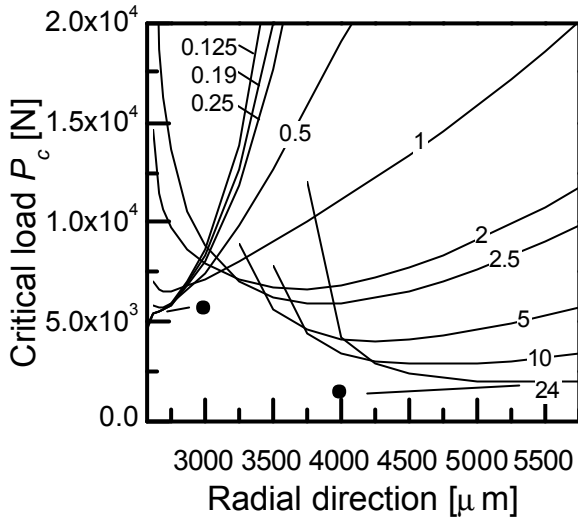


Figure 3. Critical load necessary for crack propagation as a function of the starting position, assuming a 7 μm long initial defect, for values of E_c/E_s ranging from 0.125 to 24. Dots represent the experimental values and are connected to the relevant curves.

For the chosen initial defect size, the initial radius and critical load were determined by varying the former and finding the highest-energy combinations. The corresponding load was calculated, in a first approximation, following the relation

$$\frac{P_c}{P} \propto \sqrt{\frac{G_c}{G}} \quad (2)$$

For an assumed critical fracture energy $G_c=9.5 \text{ Jm}$, calculated from the known fracture toughness as

$$G_c = \frac{K_{Ic}^2}{E} \quad (3)$$

For each value of the E_c/E_s ratio, a long cone crack was calculated, starting from the previously determined initial radius. The calculation method for determining G and the K_s , based on a contour integration, and the presence of the size-increasing mesh transition, allowed conducting the crack propagation only up to a short distance from the interface.

3. RESULTS AND DISCUSSION

The presence of a substrate with a different Young's modulus than the surface layer modifies the peak values of the stress field generated by indentation, because a redistribution of the stress takes place towards the stiffest layer. Moreover, the stress within the surface layer is modified in shape, as it can be seen by the Von Mises stress representations shown in Figure 2, corresponding to the actual cases tested ($E_s=3000$ and 380000 GPa , respectively).

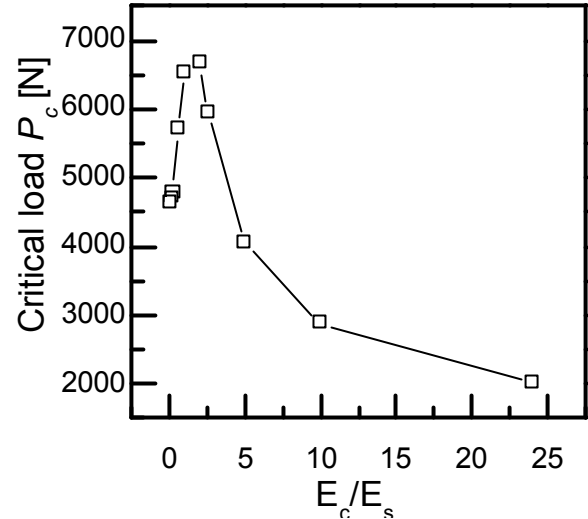


Figure 4. Critical load as a function of the E_c/E_s ratio

With regard to the response to indentation, the stress release of the softest layer influences the critical load necessary for the surface ring crack formation, while the constraint generated by the stiffest layer affects the position of the surface stress maximum, changing thus the initial crack radius. This is confirmed by the simulations of crack initiation, shown in figure 3, where the critical load necessary for crack propagation (i.e. to fulfil the relation $G>G_c$) is shown for several E_c/E_s ratios. A summary of such results is presented in figure 4 in terms of this latter parameter. It can be seen that the lowest load values correspond to the highest E_c/E_s ratios, as it could be expected from the larger compliance of the substrate, which causes a bending-like deformation of the indented layer [4]; however, as the E_c/E_s ratio decreases under the unity, the critical load diminishes again. This is attributed to the constraint produced by the stiff substrate, which concentrates the stress near the contact zone.

Experimental measurements of the critical load were in agreement with the predicted values, as indicated in figure 3 with filled symbols corresponding with the two systems studied, although some difference was observed in the crack starting position, especially in the soft-substrate system. Typical cracks from both systems are shown in figure 5, where, moreover, the presence of other crack systems can be seen, especially in the glass/ Al_2O_3 bilayer.

The crack geometry also changes, according to the local principal stresses trajectories, as it is evidenced in figure 6, where the crack trajectories are presented in terms of the elastic mismatch.

Although the results are slightly dependant on the initial crack size (or defect size) assumed, a transition from the classical cone crack, with initial radius nearing the contact area, to a "remote cone crack", already reported in literature [5], as the substrate elastic modulus decreases. The different geometry is attributed to the

stress field shape: as it can be seen in figure 2, the stress inhomogeneity is reduced far from the indented zone, so that the first propagation is almost straight, and the kink begins when the crack approaches the layers interface, due in this case to the elastic mismatch. Elastic mismatch is also responsible of the geometry variation for low values of E_c/E_s : although the minimum load position is almost the same for values from 0.125 to 0.5, a strong deviation from the classical constant-angle geometry can be seen, with a kink at approx. half the layer depth, more pronounced as the mismatch increases.

The fracture energy, normalized against the critical value necessary for crack propagation, as a function of the crack length is shown in figure 7. Both stable and unstable propagation are considered in the plot, meaning that load increments are applied whenever the energy is lower than the critical value.

A different energy progression can be seen in the remote cones, with respect to the classical cone cracks, lacking the classical 4-branched shape and presenting, instead, only one maximum, and maintaining unstable character throughout the simulated propagation. A different behaviour can be seen, also considering this variable, for the lowest values of E_c/E_s ; because of the reduced starting radius, the ring-shaped portion of the crack is shallower, and the energy growth rate less steep in such portion, so that the cone formation is subjected to an increment in load, represented as the saw-shaped zones in figure 7. Similarly, and due also to the nearing stiffer substrate, the fracture energy released is diminished, and the unstable propagation is stopped.

4. CONCLUSIONS

A Finite Elements study was conducted in order to study the influence of the elastic mismatch on the response to Hertzian indentation of brittle bilayers. The cone crack generated by flat punch indentation was simulated with the aid of an automated model of crack propagation, and the following considerations were drawn:

1. Both a compliant and a stiff substrate reduce

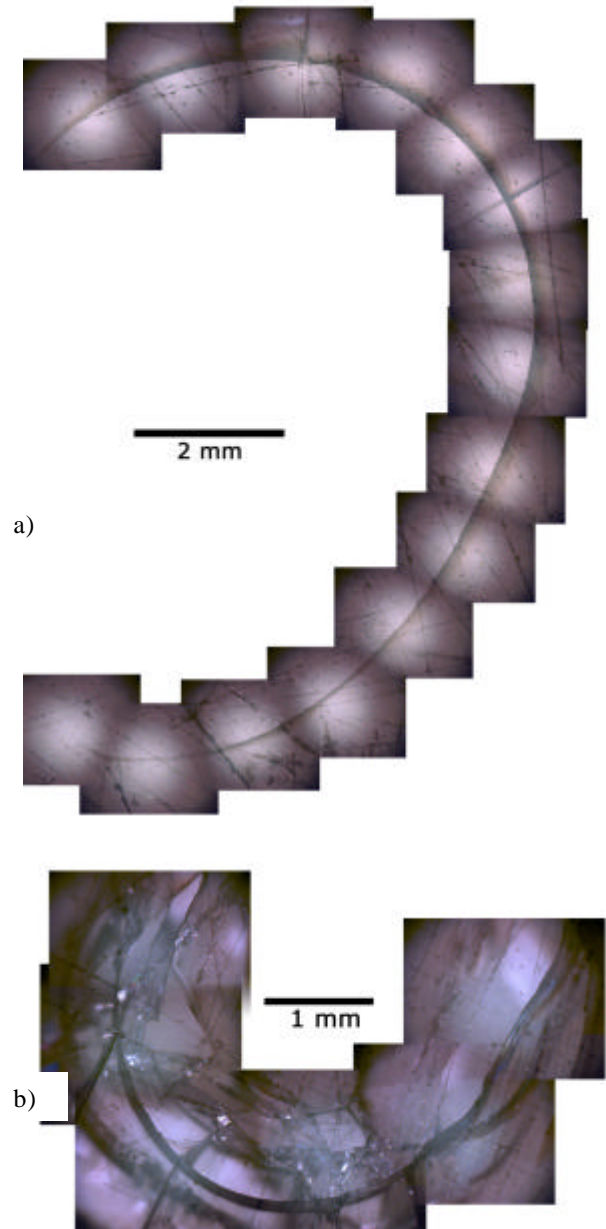


Figure 5. Typical ring cracks generated a) in the glass/PMMA bilayer and b) in the glass Al_2O_3 bilayer.

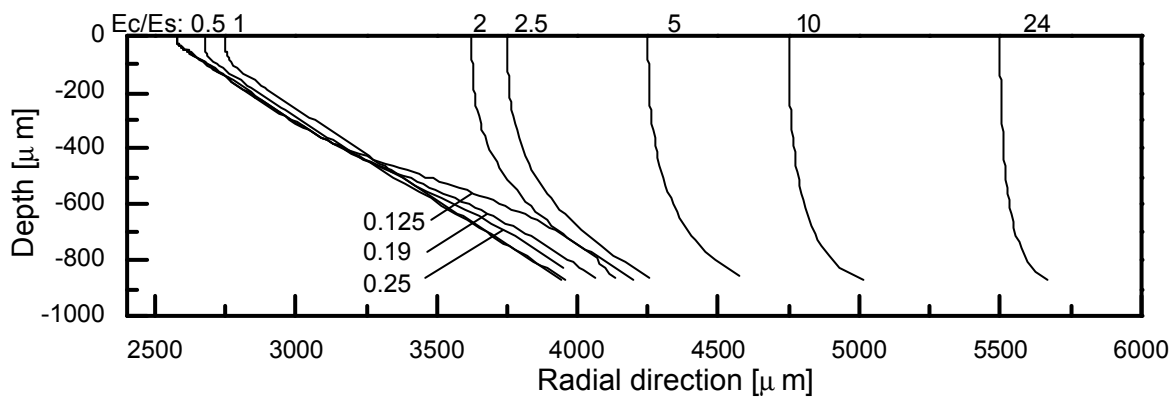


Figure 6. Cone crack trajectories corresponding to values of the ratio E_c/E_s ranging from 0.125 to 24

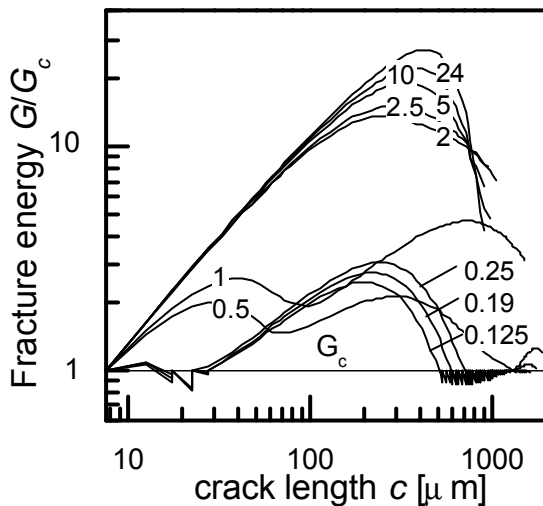


Figure 7. Fracture energy released throughout the crack propagation for several values of the E_c/E_s ratio, as reported in the figure.

the fracture resistance, the former for the “bending effect” and the load redistribution toward the coating, the latter for the constraint provided, which augments the gradient of the indentation stress field.

2. As the E_c/E_s increases, the cone crack geometry changes towards a “remote crack” configuration.
3. Low values of E_c/E_s , despite favouring slightly fracture initiation, guarantee a higher resistance to cone crack propagation.

ACKNOWLEDGEMENTS

Work supported in part by the Spanish Ministry of Science and Education through Grant MAT2005-01168 L.C. acknowledges the Spanish Ministry of Science for funding through Grant AP-2004-0475.

REFERENCES

- [1] Lawn, B.R. “Indentation of ceramics with spheres: a century after Hertz” *J. Am. Ceram. Soc.*, v 81, n 8, Aug. 1998, p 1977-94
- [2] Mouginot, R., Maugis, D., “Fracture indentation beneath flat and spherical punches” *J. Mat. Sci.* v 20, n 12, Dec. 1985, p 4354-76
- [3] Lawn, B.R., Padture, N.P., Hongda Cai, Guiberteau, F., “Making ceramics ‘ductile’” *Science*, v 263, n 5150, 25 Feb. 1994, p 1114-16
- [4] Miranda, P., Pajares, A., Guiberteau, F., Deng, Y., Lawn, B.R., “Designing damage-resistant brittle-coating structures: I. Bilayers” *Acta Mater.*, v 51, n 14, Aug 15, 2003, p 4347-4356
- [5] Chai, H. “Crack propagation in glass coatings under expanding spherical contact” *J. Mech. Phys. Sol.*, v 54, n 3, March 2006, p 447-66

- [6] Ceseracciu, L., Anglada, M., Jiménez-Piqué, E. “Hertzian cone crack propagation on polycrystalline materials: role of R-curve and residual stresses”, *Acta Mater* v 56, n 2, January 2008, p 265-273
- [7] Karlsson, Sorensen, ABAQUS documentation: version 6.7-1, ABAQUS Inc., 2007.
- [8] Cotterell, B., Rice, J. R., “Slightly curved or kinked cracks”, *Int. J. Fract.*, v 16, n 2, Apr, 1980, p 155-169

ANÁLISIS DEL MODO MIXTO DE FRACTURA EN HORMIGÓN MEDIANTE UNA LEY CONSTITUTIVA DE ELEMENTOS JUNTA

V. O. García Álvarez¹ C. M. López Garelo²

¹ Departament d'Enginyeria Mecànica i de la Construcció Industrial
Edificio PII Campus de Montilivi. Universitat de Girona, 17071 Girona. España
E-mail: victor.garcia@udg.es

² Departamento de Ingeniería del Terreno, Cartográfica y Geofísica
ETSECCPB, Universitat Politècnica de Catalunya, 08034 Barcelona. España
E-mail: carlos.maria.lopez@upc.edu

RESUMEN

En este trabajo se aborda el problema del modo mixto de fractura mediante elementos junta de espesor nulo. Las leyes constitutivas de estos elementos junta permiten un acoplamiento de los efectos normal/corte e incorporan conceptos de la mecánica de fractura. Se presentan resultados de la simulación numérica de algunos ensayos experimentales llevados a cabo por Nooru-Mohamed. En primer lugar se analiza la influencia del corte en el comportamiento de reblandecimiento (*softening*) en tracción, y posteriormente se estudia la incidencia que una apertura generada en modo I produce en el comportamiento resistente de corte. En este tipo de ensayos se pone de manifiesto el importante papel que juega la dilatación, que se analiza teniendo en cuenta su incidencia tanto en la regla de flujo como en la definición del trabajo consumido en el proceso de fractura. Los resultados numéricos obtenidos concuerdan con el comportamiento observado en los experimentos, a la vez que permiten interpretar de forma más clara la interacción normal/corte entre las tensiones y analizar el importante efecto de la dilatación en el modo mixto de fractura.

ABSTRACT

In this contribution, mixed mode of fracture modelation is dealt using zero-thickness interface elements. Constitutive laws of these interface elements include fracture mechanics concepts and they let to couple normal/shear effects. Here, results obtained from a numerical simulation of some experimental tests carried by Nooru-Mohamed are shown. First, shear effect is analyzed in tension test when softening is achieved; and second, mode I crack opening influence in shear behavior is studied. In these kind of tests the role which plays dilatancy is demonstrated. Dilatancy effect influence is taking into account in flow rule and also in the definition of fracture work. Numerical results obtained agree with the behavior pointed by the experimental tests, and they let understand the normal/shear stress coupling and to analyze the important effect of the dilatancy in fracture mixed mode.

ÁREAS TEMÁTICAS PROPUESTAS: “Métodos y modelos analíticos y numéricos” o “Fatiga y fractura de materiales compuestos”.

PALABRAS CLAVE: Modo mixto de Fractura, Elemento junta, Dilatación, Material cuasifrágil.

1. INTRODUCCIÓN

En diversos ensayos experimentales sobre materiales cuasifrágiles en modo mixto de fractura se ha puesto de manifiesto la importante influencia de la componente de corte [1,2]. Por ejemplo, en los ensayos llevados a cabo en [1] sobre probetas de hormigón, al imponer un estado combinado de desplazamientos de apertura (normal) y de corte en una proporción fija, se ha observado que en las caras de la fisura que se forma aparece una variada relación entre las tensiones normales y tangenciales, que pueden incluso dar lugar a estados de tensiones de compresión-corte. Este comportamiento resulta más

acentuado en la medida en que el desplazamiento relativo de corte que se impone resulta mayor y está relacionado con el efecto de la dilatación generado por la heterogeneidad del material, cuyo desarrollo normal se ve impedido por una relación de desplazamientos impuestos menor.

Para analizar este tipo de efectos del modo mixto de fractura dentro del contexto del análisis numérico mediante el método de los elementos finitos, resulta conveniente el empleo de elementos junta o “interface elements” de espesor nulo que permiten representar explícitamente las discontinuidades y la fisuración.

Las leyes constitutivas de estos elementos junta permiten un acoplamiento de los efectos normal/corte e incorporan conceptos de la mecánica de fractura. En dos trabajos previos [3,4], se ha presentado y contrastado un modelo de fisura cohesiva en modo mixto con el que se ha analizado el fenómeno de dilatancia en la fractura de materiales cuasifrágiles. El modelo tiene en cuenta la incidencia de la dilatancia no sólo en la regla de flujo, sino también en la definición del trabajo consumido en el proceso de fractura. En este artículo se analizan y presentan resultados de la simulación numérica de algunos de los ensayos experimentales llevados a cabo por Nooru-Mohamed [2]

2. MODELO CONSTITUTIVO

Una manera consistente de analizar el problema del modo mixto de fractura es mediante elementos junta de espesor nulo, ya que permiten integrar y extender de un modo natural el “fictitious crack model” (modelo de la fisura ficticia) de Hillerborg [5] en un análisis numérico mediante el método de los elementos finitos. El comportamiento se formula en términos de la componente normal y tangencial de las tensiones en el plano medio de la junta y los desplazamientos relativos correspondientes. El criterio de fractura F empleado en este trabajo se define mediante una hipérbola de tres parámetros (figura 1) que puede expresarse como [6,7]:

$$F = \tau^2 + \tan^2 \phi (\sigma - \chi)(2a - \sigma + \chi) = 0 \quad (1)$$

donde σ y τ son la tensión normal y de corte, respectivamente, χ es la resistencia a tracción, $\tan \phi$ es el ángulo de fricción entre las caras de la fisura y el parámetro a representa la distancia horizontal entre el vértice de la hipérbola y sus asíntotas (alternativamente, suele emplearse el parámetro c , ordenada en el origen de las asíntotas, que representa la cohesión aparente).

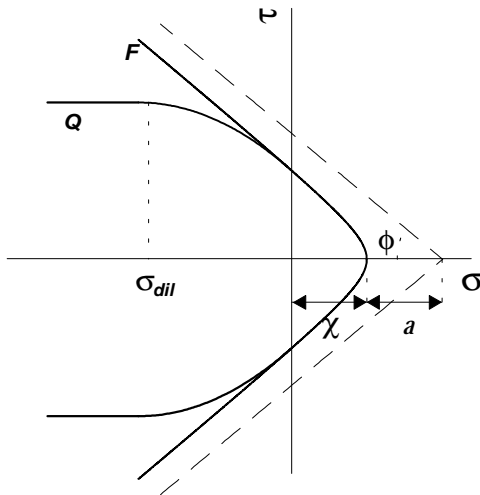


Figura 1. Superficie de fractura y potencial plástico.

Una vez iniciada la fisuración, la superficie de fractura se contrae mediante el decrecimiento de los parámetros χ y a de la hipérbola. La evolución de estos parámetros depende de la energía disipada (W^{cr}) durante la propagación de la fisura, que se puede descomponer en las energías disipadas en modo I y en modo II de la siguiente forma:

$$dW^{cr} = dW_I^{cr} + dW_{II}^{cr} \quad (2)$$

La componente en modo I se define como:

$$dW_I^{cr} = \sigma d\omega_n^{cr} \quad \text{si } \sigma \geq 0; \quad dW_I^{cr} = 0 \quad \text{si } \sigma < 0 \quad (3)$$

La componente en modo II para el caso de tracción es:

$$dW_{II}^{cr} = \tau d\omega_t^{cr} \quad \text{si } \sigma \geq 0 \quad (4)$$

mientras que en compresión se van a analizar las siguientes tres alternativas:

$$dW_{II}^{cr} = (|\tau| - |\sigma| \tan \phi) |d\omega_t^{cr}| \quad \text{si } \sigma < 0 \quad (5)$$

$$dW_{II}^{cr} = (|\tau| - |\sigma| \tan \phi) |d\omega_t^{cr}| - |\sigma| d\omega_n^{cr} \quad \text{si } \sigma < 0 \quad (6)$$

$$dW_{II}^{cr} = \left(|\tau| d\omega_t^{cr} - |\sigma| d\omega_n^{cr} \right) \left(1 - \frac{|\sigma| \tan \phi}{|\tau|} \right) \quad \text{si } \sigma < 0 \quad (7)$$

donde $d\omega_n^{cr}$ y $d\omega_t^{cr}$ representan el incremento de desplazamientos relativos de apertura de fisura en la dirección normal y tangencial, respectivamente.

La ecuación (5) representa la expresión clásica en la que al trabajo de corte se le resta el trabajo de fricción pura [6,8]. Las expresiones (6) y (7) tienen en cuenta también la energía de dilatancia, aunque de manera diferente. La expresión (6) [7,9] consiste en restar directamente la energía de dilatancia (propuesta 1), mientras que en la ecuación (7) [10], sólo se resta una parte de la energía de dilatancia (propuesta 2).

Para controlar el proceso de fractura, el modelo posee dos parámetros que representan las energías de fractura en modo I y II, G_F^I y G_F^{II} . La regla de flujo es asociada en tracción $F = Q$ (Q potencial plástico), aunque no en compresión, donde se define una ley de dilatancia para que ésta disminuya progresivamente con el nivel de compresión $\sigma \rightarrow \sigma^{dil}$ (Figura 1) y con la degradación de la junta $a \rightarrow 0$. Se dispone de parámetros adicionales α_χ y α_a que controlan la forma de evolución de las curvas de reblandecimiento, y α_d que controla la evolución de la dilatancia en compresión mediante un factor que reduce la componente normal de la regla de flujo. Una

descripción mas detallada puede consultarse en [3,6,7].

3. RESULTADOS

Nooru-Mohamed [2] ha analizado experimentalmente el comportamiento del hormigón bajo diferentes condiciones en modo mixto de fractura. En la figura 2 se muestra un esquema de la configuración del ensayo. Las muestras fueron ensayadas bajo diferentes trayectorias de carga biaxial que combinan tracción y corte, bajo control de fuerzas o de desplazamientos. En este apartado se analizan con el modelo constitutivo de junta dos de las trayectorias de carga ensayadas en [2], que han presentado una localización de la fisuración en el plano que contiene ambas entallas.

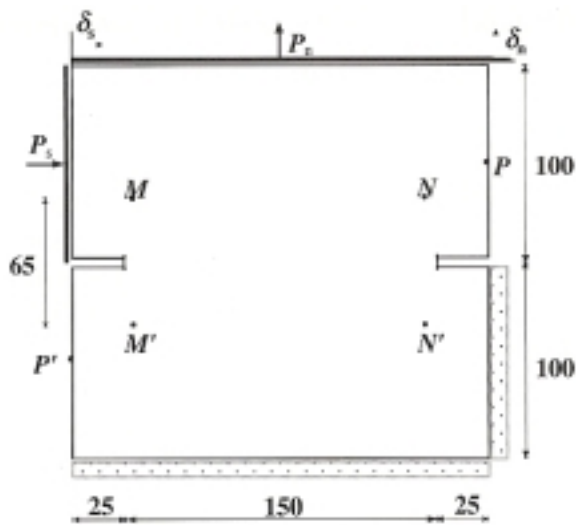


Figura 2. Esquema de la muestra de hormigón en los ensayos experimentales realizados en [2].

Para ello se han empleado unas subrutinas constitutivas que directamente llevan a cabo el cálculo de las tensiones en función de los desplazamientos relativos (equivalente a la integración en cada punto de Gauss en el contexto del MEF).

Los parámetros utilizados han sido: $\tan\phi = 0.75$, $\chi_0 = 2.8$ MPa, $a_0 = 7$ MPa, $G^F_I = 0.1$ N·mm/mm, $G^F_{II} = 1$ N·mm/mm, $\sigma_{dil} = 30$ MPa, y $\alpha_\chi = \alpha_c = 0$. En todos los resultados que se presentan no se tienen en cuenta los efectos elásticos, lo cual equivale a considerar los coeficientes de la matriz de rigidez elástica como “penalty coefficients”, y asumen los valores más altos posibles dentro de las dificultades de tipo numérico que ello ocasiona. Esta es la forma habitual de considerar los elementos junta sin espesor dentro de una malla de elementos finitos.

3.1. Influencia del corte en el reblandecimiento por tracción

Se trata de un ensayo de corte para aperturas constantes de fisura, denominada tendencia de carga 1 en la referencia [2]. La muestra es inicialmente cargada en tracción hasta una determinada apertura de fisura. Luego, mientras el desplazamiento normal se mantiene constante, se aplica corte en control de carga, a tres diferentes niveles de la apertura en dirección normal. Finalmente, se descarga en corte hasta cero y se continúa el reblandecimiento en tracción pura.

En la figura 3 se presenta el diagrama tensión normal-desplazamiento normal. Por ejemplo, para la apertura de valor intermedio, primero se carga en tracción pura en control de desplazamiento, hasta el punto A. A partir de este punto, se aplica corte manteniendo constante la apertura. Se puede apreciar en la figura que debido a que no se permite desarrollar la apertura durante el corte, la tensión normal descende y pasa a ser de compresión, punto B (efecto de la dilatación). Al producir en el modelo la descarga en corte (punto C) y la recarga en la dirección normal, se llega al punto D que concuerda en gran medida con el punto A. Posteriormente, se retoma la curva de reblandecimiento (punto E). Esto significa que el nivel de carga en corte no genera un deterioro en la junta.

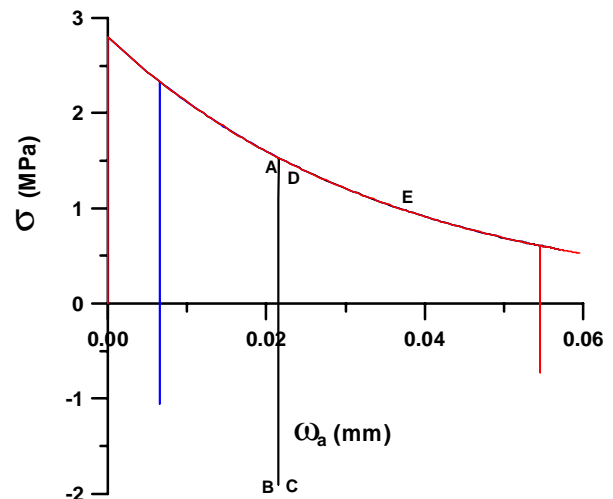


Figura 3. Diagramas tensión normal-desplazamiento normal para ensayos de corte a diferentes valores de apertura constante en modo I.

En la figura 4 se presenta la evolución del estado tensional normal-corte a lo largo del ensayo numérico con la apertura constante intermedia. También se incluyen los puntos A a E señalados en la figura 3 y la evolución de la superficie de fractura durante el proceso. Se puede apreciar en la figura que durante la etapa que va desde el punto A al B, el estado tensional normal-corte evoluciona sin producir disipación de energía, con lo cual posteriormente se retoma en el mismo punto la curva de reblandecimiento en tracción pura (vértice de la hipérbola, punto A coincidente con punto D). Los resultados numéricos del modelo coinciden con el comportamiento experimental detectado en [2], en cuanto a que una carga y posterior descarga en corte para diferentes valores constantes de apertura de fisura

en dirección normal, no afectan la curva de reblandecimiento en tracción pura.

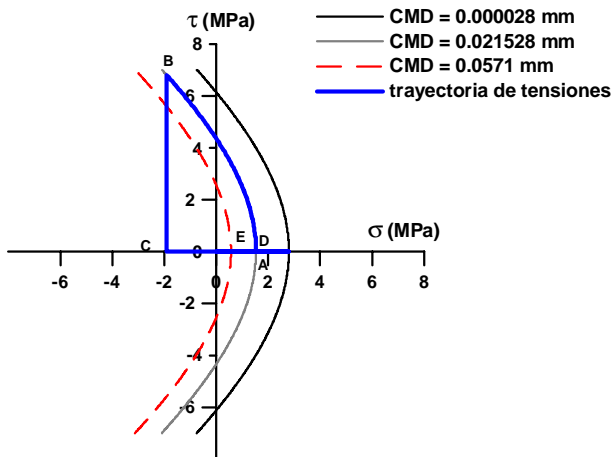


Figura 4. Evolución del estado tensional normal-corte a lo largo del ensayo numérico con la apertura constante intermedia de la figura 3.

3.2. Influencia de una apertura de fisura en tracción pura en el comportamiento de corte

En este caso se pretende analizar el efecto que produce una precarga en modo I hasta cierto valor de apertura, sobre la resistencia y el proceso de fractura en cortante. Inicialmente, la muestra se carga a tracción pura en control de desplazamiento, hasta una determinada apertura (en el ensayo numérico se han llevado a cabo hasta tres diferentes valores de apertura en modo I, que coinciden con los del ejemplo anterior). Luego se descarga hasta un valor determinado de tensión normal (en el ejemplo numérico se han calculado hasta tres niveles de la descarga, uno cercano a cero y otros dos a diferentes valores de un pequeño confinamiento). Finalmente, manteniendo constante el nivel de carga alcanzado en el paso anterior, se aplica carga de corte en control de desplazamiento. En los ensayos experimentales de este tipo llevados a cabo en [2], correspondientes a la denominada tendencia de carga 3, la descarga se llevó en un caso hasta cero (tendencia 3a) y en otro caso hasta un confinamiento de aproximadamente 0.13 MPa (tendencia 3b).

En la figura 5, que ilustra la secuencia de carga seguida durante la simulación numérica, se presenta el diagrama tensión normal-desplazamiento normal para los diferentes casos estudiados. En la figura 6 se muestran los resultados de las curvas de tensión-desplazamiento de corte (izquierda) y de la dilatación, desplazamientos normal-corte (derecha), para los tres niveles de descarga en tensión normal de 0, 0.126 y 2.16 MPa (superior, intermedio e inferior, respectivamente). En cada uno de los casos se han realizado los cálculos para las tres propuestas de consideración del efecto de la dilatación (diferenciadas en el término del trabajo disipado en la junta dado por las expresiones 5, 6 o 7).

En las gráficas de la izquierda de la figura 6 se aprecia que la resistencia al corte aumenta en la medida que, por un lado, crece el nivel de confinamiento y que, por otro lado, la apertura y por lo tanto el deterioro previo en modo I ha sido inferior. También se observa que con el aumento de confinamiento el comportamiento en corte resulta algo más dúctil, sobre todo en la medida en que se tiene en cuenta el efecto de dilatación en el término de la energía disipada. Las diferencias entre las tres propuestas de incluir el efecto de la dilatación aumentan en la medida que crece el nivel de confinamiento constante durante el proceso de corte.

Con respecto a las gráficas de la derecha de la figura 6, se aprecia el desarrollo de dilatación durante el aumento de los desplazamientos de corte mientras se mantiene constante el valor de tensión normal, menos acentuada a medida que aumenta el nivel de confinamiento. Los resultados numéricos de este ensayo concuerdan con el comportamiento observado experimentalmente en [2].

4. CONSIDERACIONES FINALES

En los materiales heterogéneos como el hormigón el camino de fisuración presenta irregularidades y ramificaciones, de manera que en modo mixto de fractura se produce un acoplamiento de las tensiones normales y de corte, acompañado de una separación de las caras de fisura (efecto de dilatación). En este trabajo el problema se aborda mediante elementos junta de espesor nulo, cuya ley constitutiva permite un acoplamiento de los efectos normal/corte e incorpora conceptos de la mecánica de fractura.

Se han presentado resultados de la simulación numérica de algunos ensayos experimentales llevados a cabo por Nooru-Mohamed [2]. En primer lugar se ha analizado la influencia del corte en el comportamiento de reblandecimiento (*softening*) en tracción, y posteriormente se ha estudiado la incidencia que una apertura determinada en modo I produce en el comportamiento resistente de corte. En el segundo ejemplo se ha analizado el papel de la dilatación a través de tres propuestas, que se diferencian en la forma de incluir este efecto tanto en la regla de flujo como en la definición del trabajo consumido en el proceso de fractura, tal como ya se ha formulado y presentado en anteriores Encuentros del Grupo Español de Fractura.

El propósito principal de analizar estas trayectorias de carga ha sido contrastar, a través de ensayos experimentales similares, la capacidad del modelo numérico de capturar los efectos de “aggregate interlok” que presenta el hormigón cuando una muestra es inicialmente cargada en tracción pura y posteriormente sometida a estados de corte.

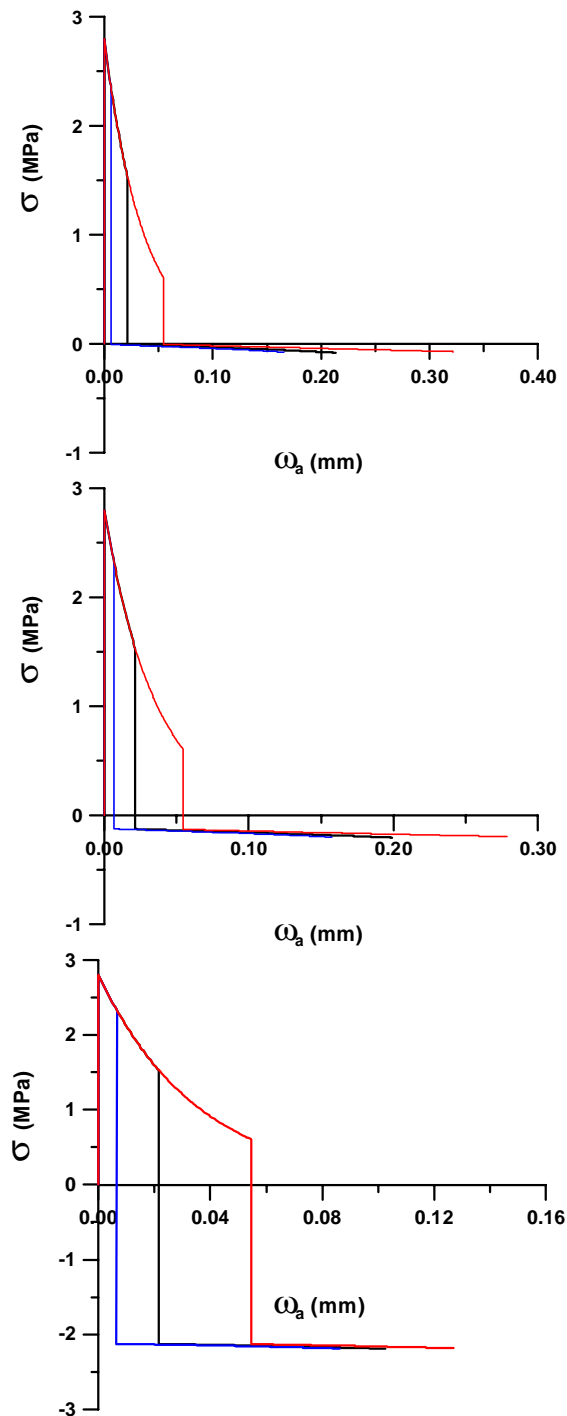


Figura 5. Diagramas tensión normal-desplazamiento normal para ensayos de corte con distintos niveles de descarga de una fisura previamente abierta en modo I para los tres niveles de descarga en tensión normal de 0, 0.126 y 2.16 MPa (superior, intermedio e inferior, respectivamente).

En el primer ejemplo, cuando se impone el corte manteniendo constante la apertura de fisura en modo I alcanzada previamente, debido a la dilatación impedida las tensiones normales disminuyen y cambian a estados de compresión de modo que el estado tensional normal/corte resultante no produce disipación de energía adicional. Esto hace que al retomar la curva en tracción

pura, se produce prácticamente en el mismo punto sin afectar la curva de reblandecimiento inicial, tal como ha ocurrido en los experimentos.

En el segundo ejemplo, al imponer desplazamientos de corte luego de descargar hasta cierto nivel una fisura previamente abierta en modo I, se aprecia un aumento de la resistencia al corte en la medida que aumenta el nivel de confinamiento y que es menor la apertura y el deterioro previo en modo I. Con el aumento de confinamiento se observa un comportamiento en corte algo más dúctil. En este ensayo también se aprecia el importante papel que juega la dilatación cuando se mantiene constante el valor de tensión normal durante el corte (gráficos de la derecha en la figura 6). El comportamiento general mencionado concuerda con los resultados obtenidos experimentalmente

AGRADECIMIENTOS

El segundo autor agradece al MEC (Madrid) la ayuda recibida mediante el proyecto BIA2006-12717.

REFERENCIAS

- [1] Hassanzadeh, M. "Determination of fracture zone properties in mixed mode I and II". *Engineering Fracture Mechanics*, 35 (4/5), pp. 845-853, 1990.
- [2] Nooru-Mohamed, M. B. "Mixed-Mode Fracture of concrete: An experimental approach". PhD thesis, Delft University of Technology, Delft, Holanda, 1992.
- [3] García Álvarez, V.O. y López C.M., "Modelización del efecto de la dilatación en materiales cuasifrágiles. Influencia en modo mixto de fractura". *Anales de Mecánica de la Fractura*, Vol. 22, pp. 541-546, 2005.
- [4] García Álvarez, V.O. y López C.M., "Consideraciones energéticas de la dilatación y su influencia en la fisuración en modo mixto para materiales cuasifrágiles. Influencia en modo mixto de fractura". *Anales de Mecánica de la Fractura*, Vol. 23, pp. 189-194, 2006.
- [5] Hillerborg A., Modéer M. y Petersson, P.E., "Analysis of crack formation and crack growth in concrete by means of Fracture Mechanics and Finite Elements", *Cement and Concrete Research*, 6 (6): 773-781, 1976.
- [6] Carol, I., Prat, P. C., y López, C. M. "A normal/shear cracking model. Application to discrete crack analysis", *J. Engng. Mech. ASCE*, 123, pp. 765-773, 1997.
- [7] García Álvarez, V. O., "Estudio de la fractura en modo mixto de los materiales cuasifrágiles: Aplicación al hormigón convencional y al hormigón de alta resistencia", Tesis Doctoral, ETS.

d'Enginyers de Camins, Canals i Ports, Universitat Politècnica de Catalunya, Barcelona, 1997.

- [8] Willam, K. J., "Experimental and computational aspects of concrete fracture", en *Computer aided analysis and design of concrete structures* (Ed. F. Damjanic, H. Hinton, N. Bicanic and V. Simovic), pp. 33-70, Pineridge Press, New Jersey, 1984.

- [9] García-Álvarez, V. O., Gettu, R. y Carol, I. "Numerical analysis of mixed mode fracture in concrete using interface elements", in *ECCOMAS 2000*, Barcelona (2000).

- [10] López, C. M., "Análisis microestructural de la fractura del hormigón utilizando elementos finitos tipo junta. Aplicación a diferentes hormigones", Tesis Doctoral, ETS. d'Enginyers de Camins, Canals i Ports, Universitat Politècnica de Catalunya, Barcelona, 1999.

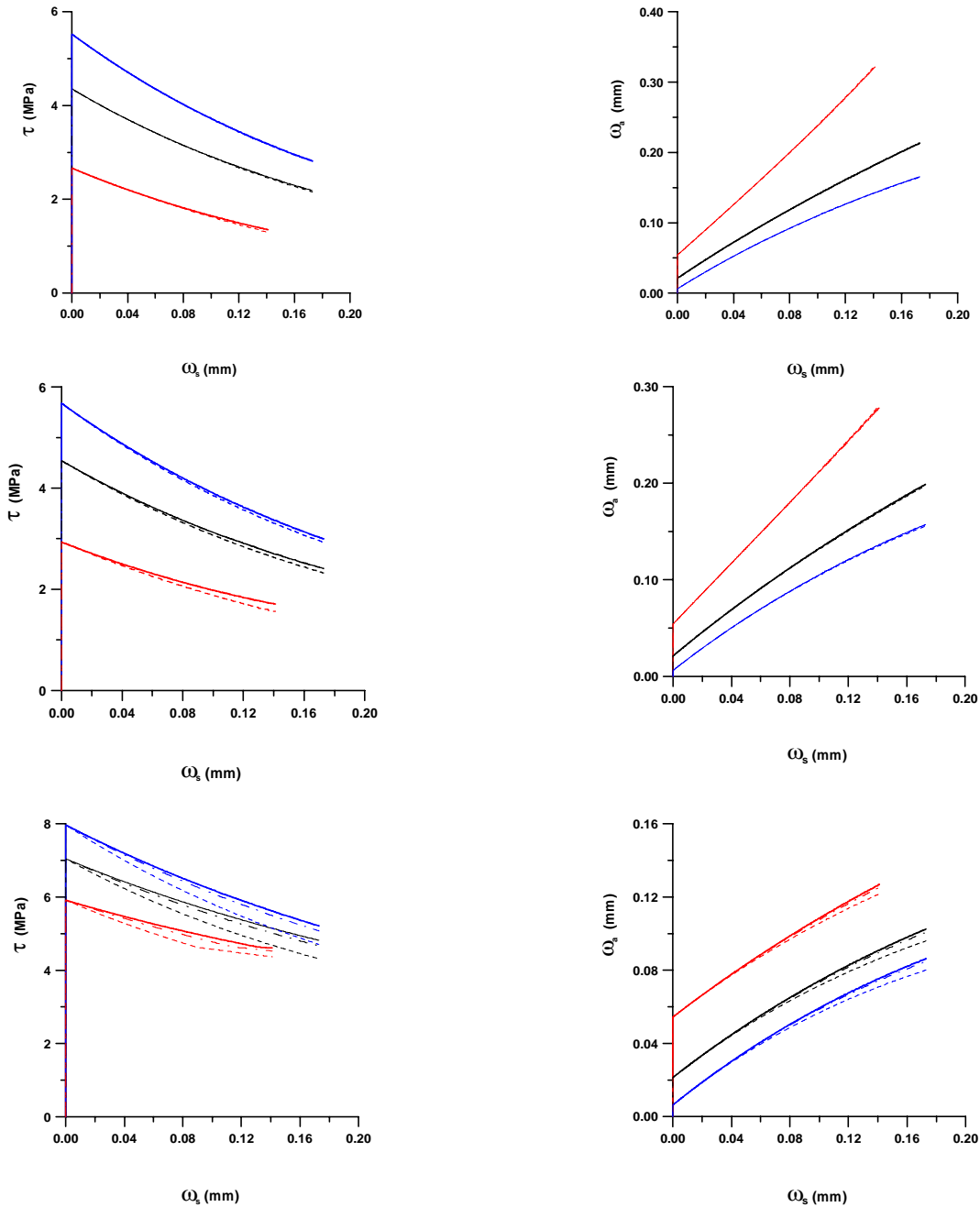


Figura 6. Resultados de los ensayos de corte con distintos niveles de descarga de una fisura previamente abierta en modo I: curvas de tensión-desplazamiento de corte (izquierda) y de desplazamientos normal-corte (derecha), para los tres niveles de descarga en tensión normal de 0, 0.126 y 2.16 MPa (superior, intermedio e inferior, respectivamente).

A NUMERICAL STUDY OF MASONRY CRACKS PART II

A. M. Fathy¹, J. Planas², J. M. Sancho³

¹ Faculty of Engineering, Ain Shams University, Cairo, Egypt.
adel@mater.upm.es

² 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.
jplanas@mater.upm.es

³ Escuela Politécnica Superior, Campus de Montepríncipe, Universidad CEU-San Pablo,
Boadilla del Monte 28668 Madrid, Spain.
jose.sancho@upm.es

ABSTRACT

Brick walls of ceramic without any mortar covering or paint are used extensively in building façades in Spain. One of the most used masonry wall system is based on non-bearing panels partially supported, about two thirds of the brick width, over the edge beams of the structural skeleton. The edge beam is veneered with special thinner bricks to achieve the visual continuity of the façade. A considerable number of these walls show cracking. In a previous work, finite element simulations were performed in order to gain insight on the causes of cracking. A special finite element, based on the strong discontinuity analysis and the cohesive crack theory is used in the numerical simulations. The results agree with the overall cracking patterns observed but if an imposed displacement is applied in the range allowed by the standards, extensive cracking occurs. This implies that the design displacements are not the actual ones. In this work, an elastic study using the principle of superposition is used to determine the effective deflections under service loading. Then these deflections are applied to the structure and the evolution of cracking is studied. This study shows that the masonry panels of the first and last store have the major probability of cracking. Another parametric study is carried out changing the elastic and tensile properties of the masonry. This study shows that although the cracking of the masonry panels starts at different loads for different tensile properties, the crack patterns are similar for a given panel geometry and loading. This numerical study provides a method of design to determine the crack width for different geometries, loadings and fracture properties.

RESUMEN

Las paredes de ladrillo visto de cerámica se utilizan extensivamente en fachadas de edificios en España. Uno de los sistemas más usados de edificación se basa en los paneles apoyados parcialmente, cerca de dos tercios de la anchura del ladrillo, sobre las vigas del borde del esqueleto de la estructural. Las vigas del borde se cubren con ladrillos de tamaño especial para alcanzar la continuidad visual de la fachada. Un número considerable de estas paredes demuestra agrietamiento. En un trabajo anterior, se realizaron simulaciones con elementos finitos para estudiar los problemas de agrietamiento de las fachadas de ladrillo visto. Un elemento finito especial, basado en el análisis de la discontinuidad fuerte y la teoría de la fisura cohesiva se utiliza en las simulaciones numéricas. Los resultados coinciden en general con los patrones de agrietamiento observados, pero si se aplica un desplazamiento impuesto con los valores máximos que permiten las normas, aparecen muchas grietas. Esto implica que los desplazamientos de calculo no son los reales. En este trabajo, se utiliza un estudio elástico basado en el principio de la superposición para determinar las flechas eficaces bajo la carga máxima de servicio. Luego, estas flechas se aplican a las vigas de cada panel por separado y se estudia la evolución del agrietamiento. Este estudio demuestra que los paneles de ladrillo del primero y el ultimo pisos tienen la probabilidad mas alta de agrietarse. Se realiza otro estudio paramétrico cambiando las características elásticas y la resistencia a tracción. Este estudio demuestra que aunque el agrietamiento de los paneles comienza a distintas cargas al cambiar las características de los paneles, los patrones de agrietamiento son similares para una geometría y tipo de carga dados. Este estudio numérico proporciona un método de diseño para controlar la anchura de la grieta para las diversas geometrías, cargas y características de fractura.

KEY WORDS: Durability, Finite Element, Masonry, Cohesive crack.

1. INTRODUCTION

In the last decades, the price of residential flats raised considerably in Spain. One of the consequences was the reduction of the time employed in the building process.

One of the most used construction systems for residential buildings is based on a skeleton of reinforced concrete or steel columns with reinforced concrete uni or bidirectional slabs. Masonry walls are used as partitions and the façade is usually constructed partially

supported, about two thirds of the brick width, over the end beams. The good quality and appearance of the ceramic masonry unit used lead to intensive use of this type of exterior walls without mortar cover or paint. There are no Spanish standards for this construction system. Usually the standards NBE_FL90 [1], NTE-FFL [2] and NTE EFL [3] are used. The first gives instructions about the properties of the mortar and masonry units used in bearing walls and the last two standards provide rules for the structural design of bearing walls. A considerable number of these buildings show cracking in different zones of the façade walls. As a result of the lack of standards, every construction company uses its own experience to prescribe the necessary recommendations to minimize the width and extension of the cracks. There are many possible load patterns that can cause such cracks. The authors developed a special finite element, based on the strong discontinuity approach and the cohesive crack theory, that is very effective in the numerical simulation of cracking in quasi brittle materials such as concrete and masonry. The authors applied such element to the analysis of the cracks appearing in the foregoing masonry walls in order to have a better understanding of the cracking phenomena. Detailed notices about this element can be found in [4, 5, 6]. In previous work [7, 8], the steps taken to incorporate this element in a finite element program and test its efficiency to detect cracked zones was explained. But one of the conclusions of that study was that the deflections allowed by standards, seem to be design values rather than the real or average ones. The program is applied to a typical structure loaded with service imposed deformations to gain a better understanding of the cracking phenomena and to device a method that can be used in the design of this type of façades.

2. STRATEGY OF THE WORK

To study the cracking process of a typical structure, it is essential to determine the maximum real expected displacement it can undergo. So, firstly, an elastic study using the principle of superposition is used to determine the effective beam deflections under service loading. It is shown that the study of seven patterns of loading are required to determine the effective deflections of the structure beams according to the sequence used in the construction. Then these calculated deflections are applied to separate typical panels to study the cracking process. Lastly, a parametrical study applied to the critical panel is done changing the modulus of elasticity and the tensile strength of the masonry wall.

3. CALCULATING REAL DEFLECTIONS

3.1 Procedure of the work.

As mentioned before, an elastic study using the principle of superposition is used. To do this, a series of data have to be assumed for the geometry of the building, the service loads and the sequence of construction. A typical building of four stories is studied. A vertical expansion joint in the masonry wall

every two panels is supposed to exist. One common masonry panel geometry, selected by a consulting office for a large number of construction companies in Spain, is used. Figure 1 shows the geometrical details of the studied building while figure 2 shows the loading cases needed for the elastic calculation. A life load of 200kg/m^2 , slab own weight of 250kg/m^2 and flooring cover load of 150 kg/m^2 are assumed. Also the weight of the masonry panel is taken as 300 kg/m^2 . Room's dimensions are taken as 5.00×5.40 meters. The sequence of construction is supposed as follows:

- constructing all the concrete skeleton,
- constructing all the masonry panels starting from downstairs floors
- terminate the finishing process starting from downstairs
- finally a creep factor of two, that can increase the displacements with time, is supposed.

The column's dimensions are taken as $400 \times 400\text{ mm}$ for the ground and first floor. For other floors, dimensions of $300 \times 300\text{ mm}$ are supposed.

3.2 Calculation Results

Figure 3 shows the real displacements of the beams in every floor and the shortening of columns supposing that there is no masonry panel in the ground floor. Three groups of curves for each floor can be noticed in this figure; the first group (full line) represents the total displacements of the beams, the second (dashed line) represents the total effective displacements of the beams and the third (dotted line) represents the effective deflections. The total instantaneous displacements of the beam are calculated after applying all the expected loads. Factor of two is applied to include the creep effect. The effective displacements of the beams are calculated as the total ones minus the displacement produced till the construction of each masonry panel. The effective deflections are calculated as the total effective ones minus the shortening of the columns.

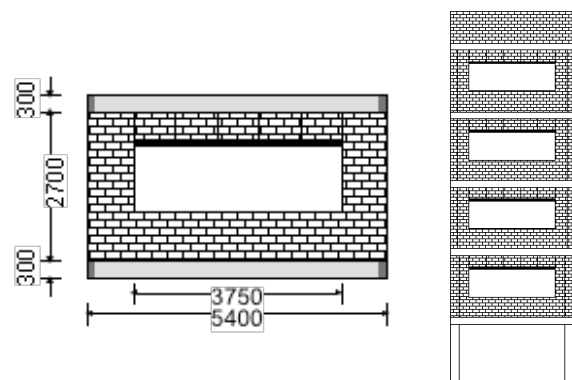


Figure 1: Panel and structure geometries.
(all dimensions are in mm.)

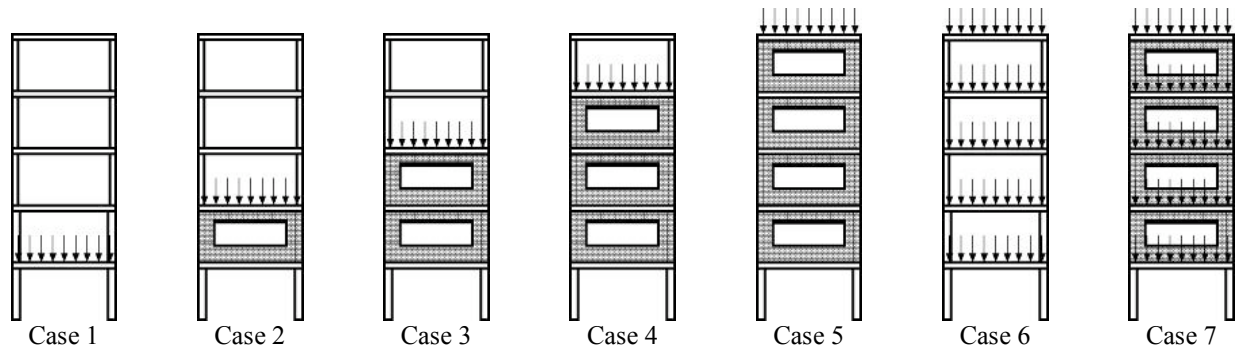


Figure 2: Loading cases required for the calculations.

3.3 Discussion

From this part of the work, it can be noticed that the maximum total displacement occurs in the last floor because it is affected by the column's shortening in all floors while the total maximum deflection occurs in the first floor and dose not exceed 2.4 mm. The maximum shortening of columns occurs in the first floor also with a value of about 1.1 mm. This large value of shortening is of the same order as the beams deflection. The maximum effective deflection, which controls the cracking, occurs in the first floor, with a value less than 1.5 mm.

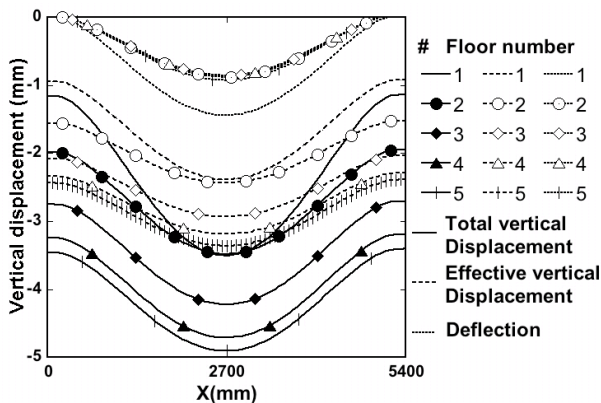


Figure 3: Total and effective displacements and deflections for the beams in all floors.

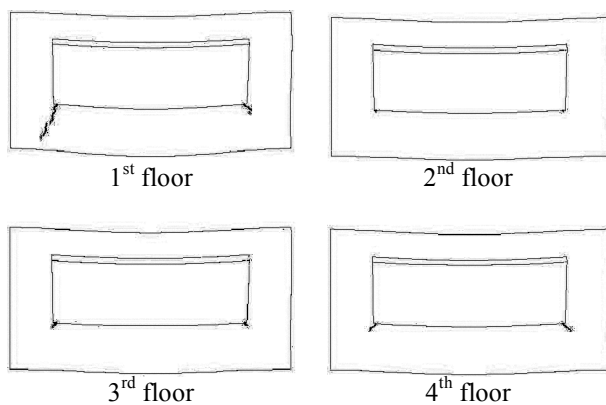


Figure 4: Crack patterns in all floors of the building under service loads.

4. STUDING THE CRACKING PHENOMENON

4.1 Procedure of the study

After calculating the effective displacements with the forgoing elastic study, these displacements are applied separately to each panel and a nonlinear calculation is carried out to study the cracking process. Since a vertical expansion joint in the masonry wall every two panels are assumed, only one panel is analysed applying the imposed displacement calculated in section 3.

There are large number of analytical papers [9,10,11] use the homogenization technique to give relations between the strength of the masonry unit and mortar with the overall strength of the wall. The same concept was investigated experimentally [12,13] for concrete blocks. As the masonry wall is a non-homogeneous material, several works investigate the strength of the masonry wall at varying directions with the bed joint [14]. From all mentioned papers, it can be concluded that an equivalent homogeneous material can be used for masonry walls. The equivalent strength depends on the strength of the unit and mortar as well as on the direction of the loading with respect to the bed joint where the strength changes by about 20 % [14]. So, as a first approximation, homogenous isotropic material is assumed for the masonry wall with modulus of elasticity of 3 GPa, fracture energy of 100 N/m and tensile strength of 1.0 MPa.

4.2 Results

Figure 4 shows the crack patterns for each floor after exposing the structure to the maximum service loads. As it can be noted from the figure, the cracks occur in the same position in all the floors (in the window corners). The first floor suffers the largest cracks followed by the last floor. The intermediate floors hardly suffer cracks.

5. THE PARAMETRIC STUDY

5.1 Studied cases

As shown in section 4, the first floor is the floor that suffers the maximum cracking, so in the parametric study this floor is considered. Various values of the

modulus of elasticity and tensile strength are used to study the effect of using different mortars and masonry unit qualities in the cracking phenomenon. Although there is much information about these values in the literature, their values span a large range. On the other hand, there is a lack of information about the overall fracture properties. In two Spanish investigation [15, 16] using different masonry units, the modulus of elasticity for the wall E ranged from 22 to 38 GPa, the tensile strength f_t from 1.5 to 5.8 MPa and the fracture energy G_F from 45 to 75 N/m. it is necessary to emphasize that both researches used small masonry units cut from the original ones. As the material properties are affected considerably by the type of masonry unit, the mortar quality and the method of construction and since our object in this part is studying the effect of changing the properties (not studying the crack pattern for special values), estimated values are used for the characteristics. In this study, three values for the modulus of elasticity are considered as well as for the tensile strength. The value of the fracture energy was kept constant. Table 1 shows the combination of properties that have been considered.

Table 1: The tensile strength and modulus of elasticity values for all studied cases.

		E (GPa)		
		2	3	4
f_t (MPa)	0.5	Case 1	Case 2	Case 3
	1.0	Case 4	Case 5	Case 6
	1.5	Case 7	Case 8	Case 9

5.2 Results

Figures 5 and 6 show the crack patterns for all the nine cases for two different displacements. It can be noticed that there are some cases for which the patterns of cracks are almost the same. The value of $(1000 f_t/E)$ is calculated for each case and it is found that the cases with the same value show almost the same crack pattern. It may also be noted that cracks at the bottom corners of the window always occur, and that for some cases (top row), a horizontal bottom crack also occurs and becomes dominant as shown next.

It can be shown from dimensional analysis and cohesive crack properties that the maximum crack width for a given displacement level must follow an equation of the form:

$$w_{max} = G_F/f_t \Phi(u f_t/G_F, h/\ell_{ch}, h/\ell)$$

Where $\ell_{ch} = E G_F/f_t^2$, u is the (imposed) displacement at the centre of the beam and h and ℓ are the panel height and length respectively.

In Figure 7 the evolution of the maximum crack width at each deflection step is plotted as a curve of $(w_{max} f_t/G_F)$ versus $(u f_t/G_F)$ for each value of h/ℓ_{ch} corresponding to the cases defined in Table 1.

Two families of curves are clearly visible. The first family has been drawn with open symbols in Figure 7; it correspond to cases with values of $h/\ell_{ch} > 6$ for which the dominant crack is always the crack at one of the bottom window corners. For this family, it is shown that the crack initiation (first point close to abscissa zero) depends on h/ℓ_{ch} , but then the crack width grows rapidly with increasing u and approaches a proportionality line (dash-dot line) for which, roughly, $w_{max} \approx 0.53u$.

The second family, which has been drawn with full symbols in Figure 7, corresponds to cases with values of $h/\ell_{ch} < 4$. In this case, the initially dominant crack is, as for the previous family, one at the bottom window corner. However, at a certain deflection, the horizontal crack at the bottom of the panel suddenly opens and becomes dominant; this is seen as a jump in the curves in Figure 7. After the horizontal bottom crack becomes dominant, the maximum crack opening becomes again roughly proportional to the central deflection of the beam, with $w_{max} \approx 0.8u$.

5.1 Design method for the crack width control

The procedure used in this research can be used as a calculation method to control the crack width depending on the geometry of the structure, the expected maximum deflection and the qualities of the mortar and masonry panel units used.

The method can be summarized in the following steps:

- Given the geometry of the structure and the construction method, carry out an elastic study (as one in section 3) to determine the maximum effective displacement (central deflection) of the beams.
- Carry out a parametric study analogous to that in Section 5.
- Plot the results in a graph similar to that in Figure 7 and select the best combination of material parameters to keep the crack opening within the requested limits.

6. CONCLUSIONS:

From the foregoing results, the following conclusions can be drawn:

- Beam deflections allowed by standards are upper-bound design values, much larger than actual (average) deflections.
- Shortening of columns are of the same order as the beam deflections under service loads.
- When there is no masonry panel in the ground floor, panels of the first and last floors suffer the maximum cracking under vertical loads.
- The maximum real deflection of beams is in the order of 1.9 mm while the maximum effective one, which controls the cracking of the masonry panels, is in the order of 1.3 mm (about span/3800).

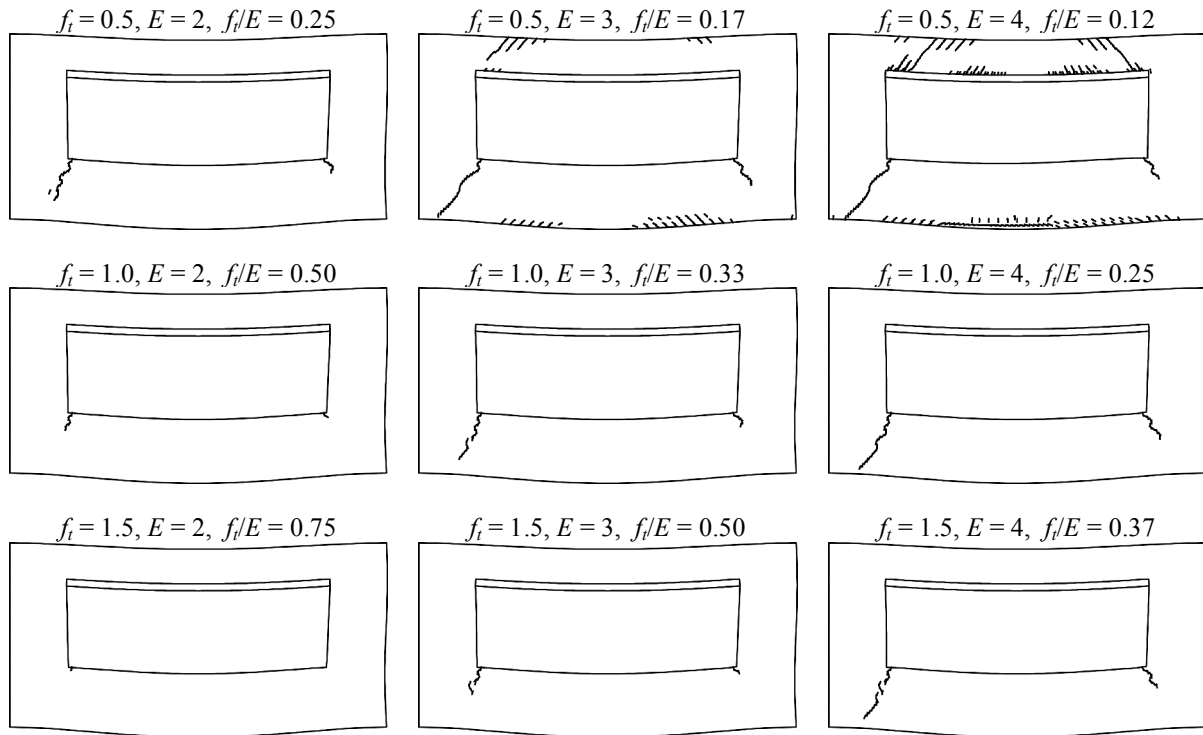


Figure 5: Crack patterns for all the nine cases for an applied imposed vertical displacement equal to the expected one under service loads, equal to 1.45 mm. (f_t in MPa and E in GPa)

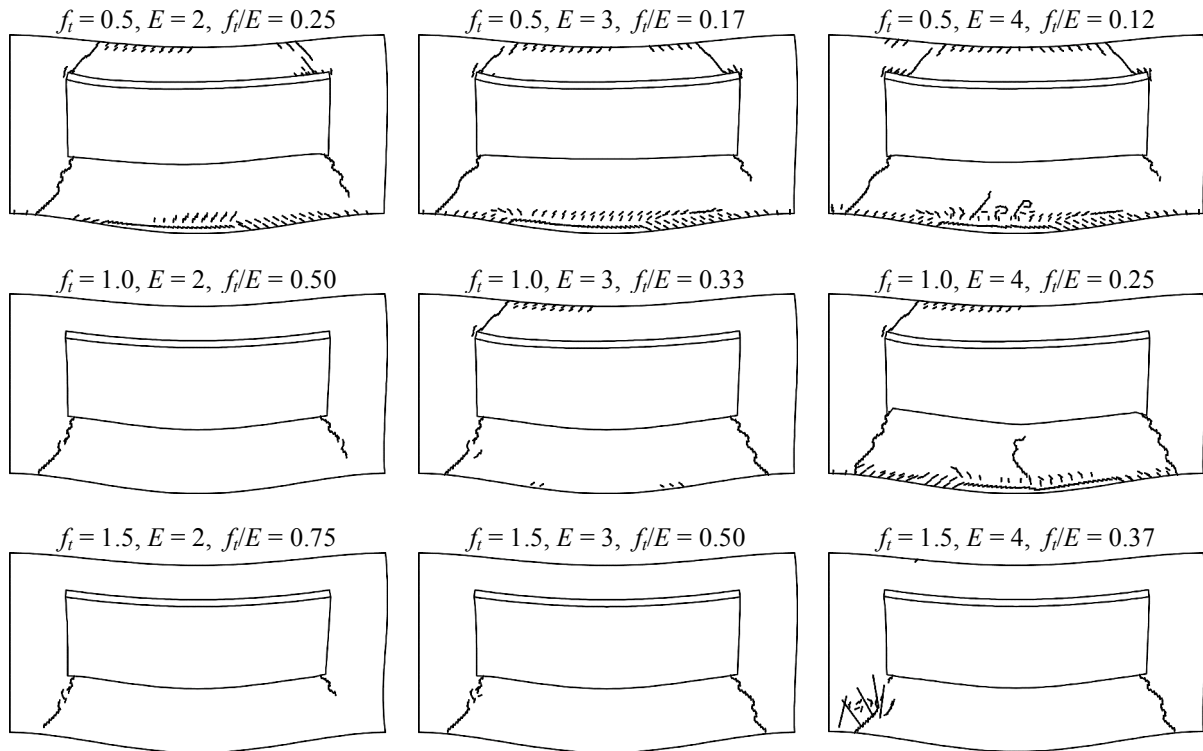


Figure 6: Crack patterns for all the nine cases for an applied imposed vertical displacement equal to the double of the expected one under service loads, equal to 2.90 mm. (f_t in MPa and E in GPa)

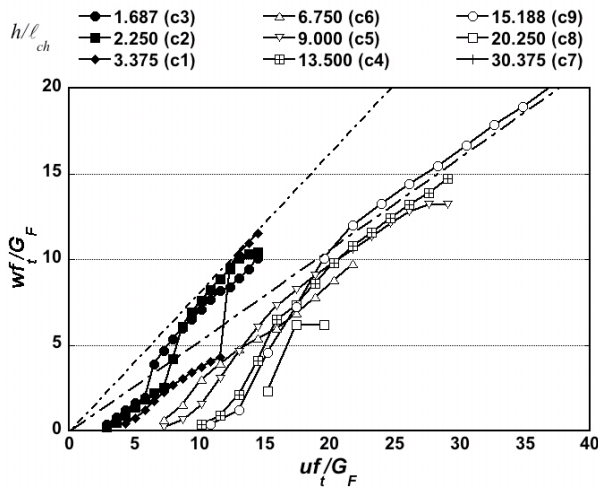


Figure 7: Relation between the maximum crack width w and the maximum imposed displacement u

- e. Although all the numerical study was done in 2D, i.e. for panels with total support over end beams, it can detect correctly the main zones of cracking.
- f. For the geometry under study, the parametric study shows that two kinds of overall behaviour can be found: one for larger values of h/ℓ_{ch} for which the dominant crack is always one at a bottom corner of the window, another for smaller values of h/ℓ_{ch} for which the horizontal bottom crack forms and becomes dominant after a certain threshold displacement.
- g. The methodology used in the present investigation can be used as a numerical design method for the crack width of masonry panels.

ACKNOWLEDGMENTS

The authors gratefully acknowledge partial financial support for this work from GOP Project Consulting (Spain). The present work was conducted within the framework provided by the projects DUMEINPA (S-0505/MAT-155), sponsored by the Comunidad de Madrid, Spain, and SEDUREC (CSD2006-60), integrated in the Spanish National Research Program CONSOLIDER-INGENIO 2010.

REFERENCES

- [1] Spanish standards for bearing walls, *Muros resistentes de fábrica de ladrillo*. NBE FL-90, (1990).
- [2] Spanish Technical standards for buildings, *External masonry walls of brickwork design*, NTE-FFL (1978).
- [3] Spanish Technical standards for buildings, *Structural brickwork calculations*, NTE-EFL, (1977).
- [4] Sancho, J.M., Planas, J., Fathy, A.M., Gálvez, J.C., and Cendón, D.A., *Three-dimensional simulation of concrete fracture using embedded crack elements without enforcing crack path continuity*, Int. J.

- Numerical and Analytical Methods in Geomechanics, John Wiley, February, 2007, Vol. 31, pp. 173-187.
- [5] Sancho, J.M., Planas, J., Cendón, D.A., Gálvez, J.C. and Reyes, E., "Ventajas De La Fisura Cohesiva Adaptable En La Simulación Numérica De La Fractura De Materiales Cuasi-frágiles.", *Anales de Mecánica de la Fractura*, Vol. 22, (2005), pp. 553-558.
- [6] Sancho, J.M., Planas, J., Cendón, D.A., Reyes, E. and Gálvez, J.C., *An embedded cohesive crack model for finite element analysis of concrete fracture*. Engineering Fracture Mechanics, Vol. 74, (2007), pp. 75-86.
- [7] Fathy, A.M., Planas, J. and Sancho, J.M., "A Numerical Study of Masonry Cracks.", *Anales de Mecánica de la Fractura*, Vol. 24, (2007), pp. 667-672.
- [8] Fathy, A.M., Planas, J. and Sancho, J.M., "A finite element study of masonry cracks", *6th International Conference on Fracture Mechanics of Concrete Structures*, Catania, Italia, pag. 1595-1603, 2007.
- [9] Zucchini, A. and Lourenco, P.B., *A coupled homogenisation-damage model for masonry cracking*, Computers and Structures, Great Britain, 82, (2004), pp. 917-929.
- [10] Lee, J.S., Pande, G.N., Middleton, T.J. and Kralj, B., *Numerical Modelling of Brick Masonry Panels Subject to Lateral Loadings*, Computers and Structures, Great Britain, Vol. 61 (1996), pp. 735-745.
- [11] Uva, G. and Salerno, P.B.G., *Towards a multiscale analysis of periodic masonry brickwork: A FEM algorithm with damage and friction*, Solids and Structures, in press, received 2 June (2005).
- [12] Khalaf, F.M., Hendy, A.W. and Fairbairn, D.R., *Study of the Compressive Strength of Blockwork Masonry*, ACI Structural Journal, Vol. 91, No. 4, July-August (1994), pp. 367-375.
- [13] Ramamurthy, K., Sathish, V. and Ambalavanan, R., *Compressive Strength Prediction of Hollow Concrete Block Masonry Prisms*, ACI Structural Journal, Vol. 97, No. 1, January-February (2000), pp. 61-67.
- [14] Khattab, M.M. and Drysdale, R.G., "Tests of Concrete Block Masonry Under Biaxial Tension-Compression," Canadian Masonry Symposium, pp. 645-656, 15-17 June, 1992.
- [15] Hussein, G., *Aplicación de la Mecánica de la Fractura a la Fisuración de Fábricas de Ladrillo*, Ph.D. Thesis, 240 pag., ETSI de Caminos, Canales y Puertos, UPM, Madrid, 1997.
- [16] Galvez, J.G., Pozo, E.R. and Casati, M.J., *Comportamiento Mecánico de Estructuras de Fábrica de Ladrillo*, Hormigón y acero, num. 234, pp. 121-134, 2004.

ENERGÍA DE FRACTURA LOCAL EN HORMIGÓN. APLICACIÓN A ELEMENTOS CON SECCIONES DE ANCHO VARIABLE

H. Cifuentes¹, F. Medina¹

¹ Grupo de Estructuras, ETS de Ingenieros (Universidad de Sevilla),
Camino de los Descubrimientos, s/n
41092 Sevilla. España
E-mail: bulte@us.es

RESUMEN

En este trabajo se analiza la influencia de los bordes laterales y del borde superior de la superficie de fractura de probetas entalladas, sobre la energía de fractura obtenida según el procedimiento de la asociación internacional RILEM. El efecto de estos bordes en la zona de proceso de fractura (ZPF) es analizado mediante el modelo de energía de fractura local desarrollado por Duan et al (2003). Teniendo en cuenta los conceptos desarrollados en este modelo, se realiza el análisis experimental de la influencia de los bordes sobre probetas con secciones de distinto ancho y de ancho variable. Se analizan cuatro tipos de sección, dos de ellas de sección rectangular con distinto ancho y dos de sección trapecial de ancho variable creciente y decreciente en la dirección del canto, obteniendo una medida de la ductilidad de los elementos construidos con cada sección.

ABSTRACT

In this work has been accomplished an experimental analysis of the influence of the specimen back boundary and the free surfaces in thickness direction in the concrete fracture energy determined by RILEM work-of-fracture method. The influence of the free boundaries in the fracture process zone (FPZ) has been considered by means of the local fracture energy model from Duan et al., in specimens with different thickness and trapezoidal sections. Four sections are analyzed, two of them with rectangular shape in different thickness and the others two with increase and decrease in thickness trapezoidal sections. A measured of specimen section ductility have been obtained.

PALABRAS CLAVE: Energía de fractura local en hormigón, Sección trapecial, Ancho variable.

1. INTRODUCCIÓN

La determinación de la energía de fractura en el hormigón (G_f), según el procedimiento del trabajo de fractura de la asociación internacional RILEM para probetas entalladas, presenta un efecto tamaño evidenciado experimentalmente, obteniéndose mayores valores de la energía de fractura cuando aumenta el tamaño del espécimen [1]. Asimismo, se ha observado una dependencia de este parámetro con la profundidad relativa de entalla, aumentando el valor de G_f cuanto menor es la profundidad relativa de entalla [2].

Esta dependencia de la energía de fractura con el tamaño del elemento y su profundidad relativa de entalla, ha sido analizada por investigadores como Duan et al. [3-7], los cuales han desarrollado el concepto de densidad de energía de fractura local, influenciada por el tamaño de la zona de proceso de fractura (ZPF). Posteriormente, autores como Karihaloo et al. [8] han corroborado experimentalmente la validez del modelo de energía de fractura local.

Dicho modelo considera la influencia del borde superior del espécimen en la ZPF, estableciendo que existe una zona de transición lineal desde un valor real de la energía de fractura (G_F), independiente del tamaño y de la profundidad relativa de entalla, hasta un valor cero en el borde superior del espécimen [3].

Análogamente, este modelo de energía de fractura local ha sido ampliado al análisis de la influencia de los bordes laterales, o lo que es lo mismo, el efecto del ancho de la sección sobre la energía de fractura [9]. Al contrario de lo que sucede con la influencia de la altura de la superficie de fractura del hormigón, apenas existen en la literatura investigaciones que analicen el efecto del ancho de la sección en la energía de fractura. Es considerado que el efecto del ancho se reduce considerablemente cuando el ancho de la sección es superior a cuatro veces el tamaño máximo del árido.

En este trabajo se emplea el modelo de energía de fractura local para el análisis de la influencia en la

energía de fractura de los bordes libres de la superficie de fractura, centrándose en el efecto del ancho. Para llevar a cabo tal fin, se han ensayado acorde al procedimiento de la asociación RILEM, probetas entalladas de sección rectangular con distinto ancho, evidenciando la dependencia de la energía de fractura obtenida con el ancho del elemento. Asimismo se han ensayado probetas de sección trapezoidal con ancho variable, conservando el misma área de fractura con respecto a una de las probetas rectangulares. De esta forma se permite el análisis de la influencia de la variación del ancho en la energía de fractura acorde al modelo de energía de fractura local.

2. MODELO DE ENERGÍA DE FRACTURA LOCAL

El modelo de energía de fractura de local ha sido desarrollado por Duan et al., como ya se ha comentado anteriormente, y considera el efecto del borde superior del espécimen en la ZPF [3]. En la figura 1 se observa la distribución de energía de fractura local g_f que depende de la distancia al borde superior del espécimen, x . La función $g_f(x)$ considera un valor de la energía de fractura local constante e igual al valor de la energía de fractura real (G_F) independiente del tamaño y de la profundidad relativa de entalla, hasta un determinado punto a partir del cual disminuye linealmente hasta cero en el límite del borde superior. Esta zona de disminución viene determinada por el valor a_l , considerada como la zona de transición.

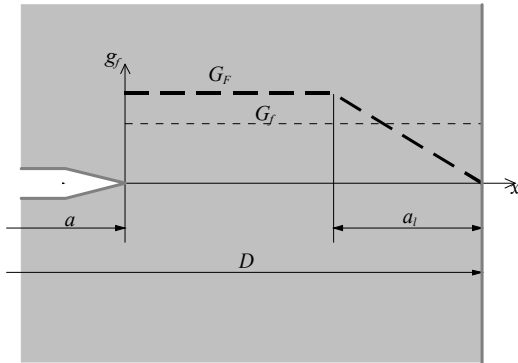


Figura 1. Distribución longitudinal de la energía de fractura local.

Para un espécimen con un tamaño de zona de fractura ($D-a$), siendo D el canto del elemento y a la profundidad inicial de la entalla, mayor que la zona de transición a_l , la energía de fractura local viene determinada por la siguiente expresión:

$$g_f(x) = \begin{cases} G_F & x < D - a - a_l \\ G_F \left[1 - \frac{x - (D - a - a_l)}{a_l} \right] & x \geq D - a - a_l \end{cases} \quad (1)$$

El valor de la energía de fractura obtenido mediante el procedimiento del trabajo de fractura, G_f , está

relacionado con la energía de fractura local a través de la siguiente expresión:

$$G_f(a/D) = \frac{\int_0^{D-a} g_f(x) dx}{D-a} \quad (2)$$

A través de las expresiones (2) y (3), y en función de los datos experimentales obtenidos de G_f para distintos tamaños y profundidades relativas de entalla (a/D), se pueden obtener los valores de G_F y a_l .

Posteriormente se amplió el modelo de energía de fractura local para el análisis de la influencia de los bordes libre laterales, planteando una función de distribución de energía de fractura local con variación respecto al ancho [9]. De forma análoga a lo considerado en el caso del efecto del borde superior, se considera un valor de G_F constante en dirección transversal, hasta una determinada distancia del borde lateral a_2 , considerada como el ancho de transición. En la figura 2 se observa la distribución de g_f con respecto al ancho de la sección del espécimen.

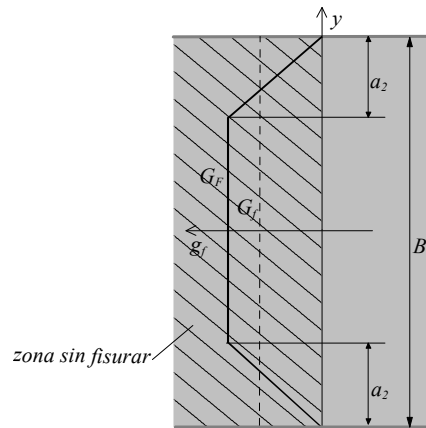


Figura 2. Distribución transversal de la energía de fractura local.

De esta forma se puede establecer una función de energía de fractura local $g_f(x,y)$, que se encuentra relacionada con la energía de fractura G_f a través de la siguiente expresión:

$$G_f(a/D, B) = \frac{2}{B(D-a)} \int_0^{B/2} \int_0^{D-a} g_f(x,y) dx dy \quad (3)$$

La función $g_f(x,y)$ se define en función de dos expresiones adimensionales $q_D(x)$ y $q_B(y)$ que representan la variación de G_F con respecto al canto y al ancho de la superficie de fractura del espécimen respectivamente, tal y como se indica en la expresión siguiente:

$$g_f(x,y) = G_F q_D(x) q_B(y) \quad (4)$$

3. PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL

Se han elaborado cuatro tipos de probetas prismáticas entalladas con diferentes secciones, las cuales permiten el análisis experimental de la influencia de los bordes libres laterales de la sección (ancho de la sección) sobre la energía de fractura. En la figura 3 se indica la forma geométrica de las distintas secciones analizadas.

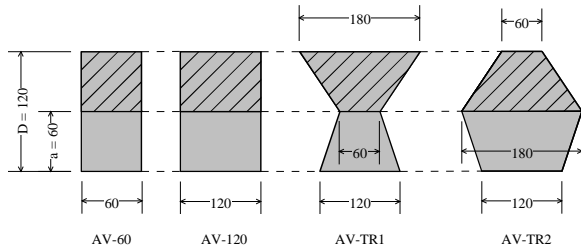


Figura 3. Tipos de sección analizados.

Todas las secciones tienen el mismo canto, siendo variable únicamente su ancho. Dos de las secciones son rectangulares, con anchos de 60 mm y 120 mm, denominadas AV-60 y AV-120 respectivamente. Los otros dos tipos de sección presentan sección trapezoidal de ancho variable. La sección denominada AV-TR1 presenta una variación del ancho creciente en la dirección del canto, al contrario que la sección AV-TR2 que presenta ancho decreciente en dicha dirección.

De cada uno de los tipos de sección se han fabricado tres especímenes, los cuales han sido sometidos a un ensayo de flexión en tres puntos con control de apertura de grieta (CMOD), con una máquina dinámica servo-hidráulica. La velocidad del ensayo en cada probeta ha sido adecuada de forma que el tiempo total de ensayo hasta rotura fuera de 60 minutos, obteniéndose la curva carga-desplazamiento completa del hormigón. El sistema de apoyos y de aplicación de carga es antitorsión. En la figura 4 se puede apreciar el ensayo de una de las probetas.

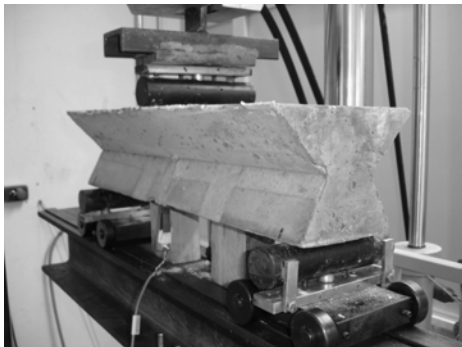


Figura 4. Ensayo a flexión en tres puntos sobre probeta AV-TR1.

Las dimensiones de las probetas se indican en la tabla 1, siendo a la longitud inicial de la entalla, S la luz entre apoyos y L la luz total de la probeta.

La instrumentación del ensayo ha consistido en la medida de la carga ejercida sobre la probeta P , a través de una célula de carga de 25 kN de capacidad, la medida de la apertura de los extremos de la entalla CMOD, con un transductor de pinza y el desplazamiento vertical del punto de aplicación de la carga δ , mediante un transductor LVDT. De esta forma se ha procedido a la obtención de la energía de fractura a través del método de trabajo de fractura según las indicaciones de la asociación RILEM. En la siguiente expresión se indica la forma de la obtención de la energía de fractura G_f :

$$G_f = \frac{\int_0^{\delta_{max}} P d\delta}{B_m (D - a)} \quad (5)$$

Siendo δ_{max} el desplazamiento vertical máximo obtenido en el ensayo y $B_m(D-a)$ el área de la superficie de fractura de cada probeta.

Tabla 1. Dimensiones de las probetas en mm

Prob.	D	B_m	a	S	L
AV-60	120	60	60	480	540
AV-120	120	120	60	480	540
AV-TR1	120	120	60	480	540
AV-TR2	120	120	60	480	540

Las probetas AV-TR1 y AV-TR2 presentan un ancho medio en la superficie de fractura $B_m = 120\text{mm}$, al igual que el ancho de apoyo, de forma que el área de la superficie de fractura y de los apoyos de estas secciones sean las mismas que las correspondiente a la sección AV-120. Así, se puede analizar el efecto de la variación del ancho en la energía de fractura, de acorde al modelo de energía de fractura local.

4. PROPIEDADES DE LOS MATERIALES

El hormigón ha sido fabricado con un cemento Portland CEM-I/52.2, áridos silíceos de tamaño máximo 6mm, ajustados según la parábola de fuller, y una dosificación (AR/C/A) de 4.6/1/0.5, con contenido en cemento de 400 kg/m³.

La resistencia del hormigón ha sido determinada mediante probetas cilíndricas de 15x30 cm para la resistencia a compresión y a tracción indirecta (ensayo brasileño), y probetas prismáticas de 15x15x60 cm para la resistencia a flexotracción. En la tabla 2 se muestran las propiedades mecánicas del hormigón.

Tabla 2. Propiedades mecánicas del hormigón

Resistencia a compresión simple, f_c	56.5 MPa
Resistencia a tracción indirecta, f_{cti}	4.7 MPa
Resistencia a flexotracción, f_{ctf}	6.5 MPa
Modulo de def. longitudinal, E_c	34.1 GPa

5. RESULTADOS OBTENIDOS

A continuación se muestran los resultados obtenidos en los ensayos a flexión en tres puntos realizados sobre los distintos tipos de secciones de probetas.

Los resultados indicados en la tabla 3 representan el valor medio para cada uno de los tipos de probetas ensayados. Se representan los valores de la carga última obtenida en el ensayo P_u (N), el peso W_g (kg), la carga última corregida teniendo en cuenta el peso propio de la probeta P_{uc} (N), el desplazamiento máximo experimentado en el ensayo δ_{max} (mm), y la energía de fractura G_f (N/m).

Tabla 4. Resultados sobre probetas entalladas

Prob.	P_u	W_g	P_{uc}	δ_{max}	G_f
AV-60	1168	9.6	1263.5	1.34	159.4
AV-120	2121.7	18.7	2308.7	1.61	195.7
AV-TR1	2961.7	16.7	3128.5	1.92	212.6
AV-TR2	2733.7	20.9	2943.4	1.06	149.8

El valor de la energía de fractura obtenido tiene en cuenta el peso propio del espécimen a través de la corrección propuesta por Shah et al. [10], sobre la energía de fractura obtenida por integración de la curva completa $P-\delta$ y que viene indicada por la siguiente expresión:

$$G_f = \frac{\int_0^{\delta_{max}} Pd\delta + 2W_g \delta_{max}}{B_m (D-a)} \quad (6)$$

Como se observa en los resultados anteriores, se produce un efecto del ancho de la sección sobre la energía de fractura obtenida.

5.1. Probetas de sección rectangular con distinto ancho

Analizando los resultados se observa como la energía de fractura obtenida para la probeta AV-60 es inferior a la correspondiente a la probeta AV-120, cuyo ancho es el doble de la anterior. Teniendo en cuenta que la altura de la superficie de fractura ($D-a$) es la misma para los dos tipos de probeta, la influencia del borde libre superior de la probeta debe ser similar (a_1), de acuerdo con el modelo de energía de fractura local. Sin embargo, al tener la probeta AV-60 menor ancho, el efecto de los bordes libre laterales es más significativo sobre esta probeta que sobre la probeta AV-120. Conviene recordar que el valor de G_f obtenido según el procedimiento del trabajo de fractura propuesto por la RILEM, es el valor medio de la distribución de energía de fractura local [3]. Este efecto es considerado por el modelo de energía local extendido al efecto de los bordes laterales, donde existe un ancho de transición a_2 desde el valor de la energía real de fractura G_F hasta un valor nulo en el límite del borde lateral.

Si solamente se tiene en cuenta el efecto del ancho en la energía de fractura G_f , se puede obtener una aproximación del valor de la energía de fractura real, denominado G_F^* y del ancho de transición a_2^* , a través de las expresiones siguientes:

$$G_F^* = \frac{G_{fAV-120}120 - G_{fAV-60}60}{120 - 60} = 232 \text{ N/m} \quad (7)$$

$$a_2^* = \frac{(G_F^* - G_{fAV-60})60 \text{ mm}}{G_F^*} = 18.8 \text{ mm} \quad (8)$$

Este efecto puede ser también corroborado a través del valor del máximo desplazamiento vertical δ_{max} , que es inferior en el caso de la probeta AV-60 con respecto al de la probeta AV-120 (1.34 mm frente a 1.61 mm).

A continuación en la figura 5 se muestran las curvas $P-\delta$ obtenidas para dichas probetas.

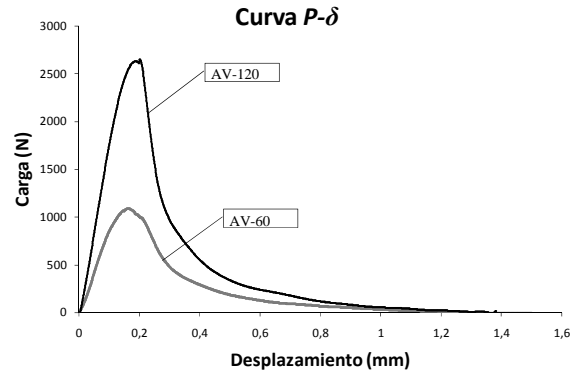


Figura 5. Curvas $P-\delta$ probetas AV-60 y AV-120.

5.2. Probetas de ancho variable

Considerando el modelo de energía de fractura local, es de esperar un mayor efecto de los bordes laterales y superior sobre la energía de fractura G_f , en las zonas de las esquinas superiores donde coexisten la zona y el ancho de transición. Por ello se prevé que dicho efecto sea más pronunciado en probetas tipo AV-TR2 donde el ancho de la superficie de fractura va disminuyendo en la dirección del canto. En estas probetas se concentran en la zona de menor ancho el efecto del borde superior a través de la zona de transición, a_1 , y de los bordes laterales a través del ancho de transición, a_2 .

Análogamente, un efecto contrario debe suceder en la probeta AV-TR1, donde el ancho aumenta en la zona de mayor concentración del efecto de los bordes.

Lo comentado en los párrafos anteriores es corroborado a través de los resultados obtenidos para las probetas AV-TR1 y AV-TR2, que disponen del mismo área de superficie de fractura que la probeta AV-120.

Se observa que la energía de fractura en la probeta *AV-TR1* aumenta con respecto a la energía de fractura obtenida para la probeta *AV-120* (212.6 N/m frente a 195.7 N/m), siendo más próximo el valor de la energía de fractura de la probeta *AV-TR1* (menos influenciada por los bordes laterales) al valor aproximado obtenido de la energía de fractura real del material G_F^* . Se observa también como el valor del máximo desplazamiento para la probeta *AV-TR1* (1.92 mm) aumenta con respecto al correspondiente a la probeta *AV-120* (1.61 mm).

Por otro lado, se observa que el valor de G_f obtenido para la probeta *AV-TR2* es inferior al correspondiente a la probeta *AV-120* (149.8 N/m frente a 159.4 N/m), así como el desplazamiento máximo obtenido (1.06 mm frente a 1.61 mm), tal y como se puede establecer según el modelo de energía de fractura local.

A continuación en la figura 6, se muestran las curvas $P-\delta$ correspondientes a las probetas *AV-TR1* y *AV-TR2*, donde se aprecia la mayor ductilidad de las probetas *AV-TR1* debido al efecto favorable de la geometría de la sección frente a la reducción de energía de fractura ocasionada por la influencia de los bordes libres.

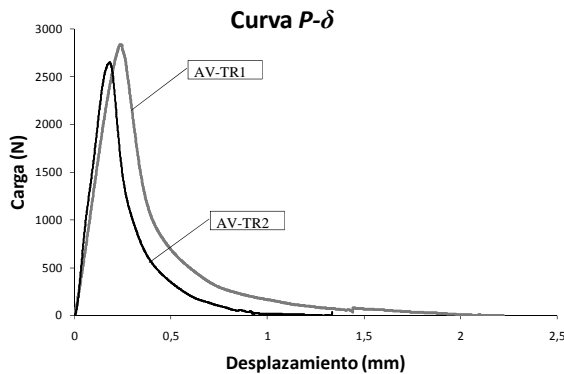


Figura 6. Curvas $P-\delta$ probetas *AV-TR1* y *AV-TR2*.

Además de las evidencias experimentales mostradas por los resultados obtenidos, se puede apreciar una mayor apertura de fisura en las probetas tipo *AV-TR1* con respecto al resto de probetas, tal y como se observa en la figura 7. En esta figura se muestran las aperturas de grieta presentadas en las probetas *AV-TR1* y *AV-TR2* instantes previos a la rotura de las mismas.

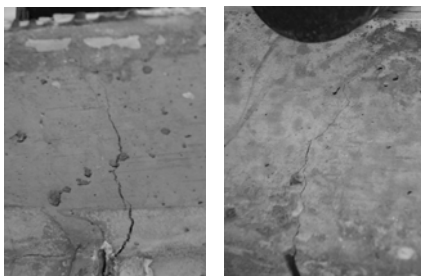


Figura 7. Aperturas de fisura previas a rotura. Probeta *AV-TR1* (izq.) y probeta *AV-TR2* (dcha.)

Este efecto se muestra en las curvas $P-CMOD$ obtenidas, observándose que las aperturas de fisuras máximas alcanzadas por las distintas probetas, son superiores para el caso de probetas tipo *AV-TR1*. En la figura 8 se muestran las curvas $P-CMOD$ correspondientes a las probetas *AV-120*, *AV-TR1* y *AV-TR2*.

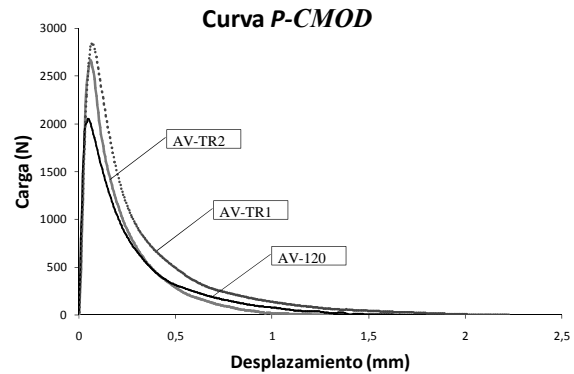


Figura 8. Curvas $P-CMOD$ para probetas *AV-120*, *AV-TR1* y *AV-TR2*

5.3. Longitud característica

La longitud característica es un parámetro importante en la caracterización del comportamiento a fractura de materiales cuasifrágiles. Establecida por Hillerborg (1976) está relacionada con la longitud de la ZPF a través de la energía de fractura, el módulo de elasticidad del hormigón y la resistencia a tracción, a través de la siguiente expresión:

$$l_{ch} = \frac{EG_f}{f_t^2} \quad (9)$$

Este valor permite realizar una comparación de la fragilidad/ductilidad de una estructura a través del número de fragilidad de Hillerborg, que relaciona la longitud característica con las dimensiones del elemento [11]. Teniendo en cuenta que la dimensión considerada en este número de fragilidad es el canto del elemento, y que todas las probetas ensayadas poseen el mismo canto, la propia longitud característica se puede emplear como número de comparación de la ductilidad del elemento.

Las longitudes características obtenidas para los distintos elementos son las siguientes:

Tabla 5. Longitudes características de las probetas

Prob.	l_{ch} (mm)
AV-60	238.9
AV-120	293.2
AV-TR1	318.5
AV-TR2	224.6

Elementos con un número de fragilidad mayor, o lo que es lo mismo en este caso, con una longitud característica mayor, pueden ser considerados como elementos más dúctiles. De acuerdo a los valores mostrados en la tabla 5 se observa como los elementos con sección *AV-TR1* presentan longitudes características mayores, resultando en elementos más dúctiles para un mismo hormigón.

6. CONCLUSIONES

Se ha cuantificado la variación de la energía de fractura en probetas con distintos anchos, a igualdad del resto de dimensiones geométricas (tabla 4), teniendo en cuenta las consideraciones del modelo de energía de fractura local de Duan et al.

Así, se ha analizado la influencia del ancho de los elementos a través de probetas de sección rectangular con distinto ancho, observándose que se obtiene un mayor valor de la energía de fractura en elementos de ancho superior, donde el efecto de los bordes laterales es menor. Los elementos *AV-120*, que disponen de un ancho doble que los elementos *AV-60*, presentan un mayor valor de la energía de fractura, obteniéndose un aumento del 22.8% cuando se pasa de un ancho de 10 a 20 veces el tamaño máximo del árido. Esto permite establecer una estimación (considerando solo el efecto del ancho) de la energía de fractura real del hormigón $G_F^* = 232 \text{ N/m}$ y del ancho de transición $a_2^* = 18.8 \text{ mm}$.

De acuerdo a la evidencia experimental mostrada por el efecto del ancho de la sección en la ZPF, se han analizado elementos con sección trapecial de ancho variable, manteniendo el área de la superficie de fractura. Se obtiene que en los elementos *AV-TR1* que presentan un incremento lineal del ancho en la dirección del canto del 200%, el aumento de energía de fractura obtenido es del 8.6% con respecto a los elementos *AV-120*, estando más próximo al valor de G_F^* obtenido. Por otro lado en los elementos *AV-TR2* con una disminución del ancho del 200% en la dirección del canto, se obtiene una disminución de la energía de fractura del 23.4%. La mayor disminución de la energía de fractura en los elementos *AV-TR2* con respecto al aumento de la misma en los elementos *AV-TR1*, se debe al efecto concentrado de los bordes laterales y superior en la zona de menor área de fractura de los primeros elementos.

Se ha puesto de manifiesto la idoneidad del comportamiento en fractura de la sección de los elementos *AV-TR1*, con respecto al resto de secciones analizadas. Esto se deduce de los resultados obtenidos de energía de fractura, así como mediante apreciación visual de la apertura de fisura observada instantes previos a la rotura de los elementos. Este último efecto se ha constatado y cuantificado a través de las curvas *P-CMOD* obtenidas experimentalmente en este trabajo (figura 8).

Se han utilizado las longitudes características obtenidas para las distintas secciones analizadas como parámetro comparativo de su ductilidad. Se obtiene una variación de la longitud característica idéntica a la variación de la energía de fractura. Por lo que en los elementos *AV-TR1* se obtiene un aumento del 8.6% de la ductilidad con respecto a los elementos *AV-120*.

REFERENCIAS

- [1] Bazant, Z.P. y Kazemi, M.T., *Size dependence of concrete fracture energy determined by RILEM work-of-fracture method*, International Journal of Fracture, V. 51, pag. 121-138, 1991.
- [2] Abdalla, H.M. y Karihaloo, B.L., *Determination of size-independent specific fracture energy of concrete from three-point bend and wedge splitting tests*, Magazine of Concrete Research, V. 55, pag. 133-141, 2003.
- [3] Duan, K., Hu, X. y Wittmann, F., *Boundary effect on concrete fracture and non-constant fracture energy distribution*, Engineering Fracture Mechanics, V. 70, pag. 2257-2268, 2003.
- [4] Duan, K., Hu, X. y Wittmann, F., *Size effect on specific fracture energy of concrete*, Engineering Fracture Mechanics, V. xx, pag. xxxx-xxxx, 2006.
- [5] Hu, X. y Wittmann, F., *Size effect on toughness induced by crack close to free surface*, Engineering Fracture Mechanics, V. 65, pag. 209-221, 2000.
- [6] Hu, X. y Duan, K., *Size effect: Influence of proximity of fracture process zone to specimen boundary*, Engineering Fracture Mechanics, V. 74, pag. 1093-1100, 2007.
- [7] Hu, X. y Duan, K., *Influence of fracture process zone height on fracture energy of concrete*, Engineering Fracture Mechanics, V. 34, pag. 1321-1330, 2004.
- [8] Karihaloo, B.L., Abdalla, H.M. y Imjai, T., *A simple method for determining the true specific fracture energy of concrete*, Magazine of Concrete Research, V. 55, pag. 471-481, 2003.
- [9] Duan, K., Hu, X. y Wittmann, F., *Thickness effect on fracture energy of cementitious materials*, Cement and Concrete Research, V. 33, pag. 499-507, 2003.
- [10] G. Ruiz, Elices, M y Planas, J, *Experimental study of fracture of lightly reinforced concrete beams*, Materials and Structures, V. 31, pag. 683-691, 1998.
- [11] Shah, S.P., Swartz, S.E. y Ouyang, C., *Fracture Mechanics of Concrete*, John Wiley & Sons, New York, USA, 1995.

EDITORIAL	◆
CONFERENCIAS INVITADAS	◆
FRACTURA DE MATERIALES BIOLÓGICOS Y BIOMATERIALES	◆
FRACTURA DE MATERIALES CERÁMICOS Y PÉTREOS	◆
FRACTURA DE MATERIALES METÁLICOS	◆
FRACTURA DE MATERIALES POLÍMEROS	◆
FATIGA E INTERACCIÓN CON EL MEDIO AMBIENTE	◆
MÉTODOS ANALÍTICOS Y NUMÉRICOS	◆
SEGURIDAD Y DURABILIDAD DE ESTRUCTURAS	◆
TÉCNICAS EXPERIMENTALES	◆
APLICACIONES Y CASOS PRÁCTICOS EN INGENIERÍA	◆
ÍNDICE TEMÁTICO	◆
ÍNDICE DE AUTORES	◆

EFFECTO DE LA VELOCIDAD DE DEFORMACIÓN Y LA TEMPERATURA SOBRE LAS PROPIEDADES MECÁNICAS DE UNA ACERO DE ALTA RESISTENCIA.

E. Silveira, I. Eizagirre, X. Azpiroz, C. Jiménez y A. M. Irisarri

INASMET – Tecnalia. Mikeletegi Pasealekua 2. 20009 SAN SEBASTIÁN

airisar@inasmet.es

RESUMEN

Se han analizado los efectos ejercidos por la velocidad de deformación y la temperatura sobre las propiedades mecánicas de un acero austenítico TWIP de alta resistencia. Con objeto de comprobar la estabilidad de la austenita del acero estudiado tras la aplicación de una deformación o a baja temperatura se han efectuado ensayos de tracción de probetas extraídas en las direcciones longitudinal y transversal de la chapa a temperaturas que oscilan entre +20° y -30° C, y velocidades de deformación entre 10^{-1} y 10^{-3} s⁻¹. Tanto la resistencia como la ductilidad registradas en todos estos ensayos han sido muy elevadas en todas las condiciones analizadas, en tanto que el valor del límite elástico resulta relativamente bajo. El estudio metalográfico, efectuado mediante microscopía óptica y electrónica de barrido, apunta a que se ha producido una fuerte deformación por maclado de la austenita, pero no un cambio de fase.

ABSTRACT

The influence of strain rate and temperature on the mechanical properties of austenitic TWIP steel has been studied. In order to check the stability of austenite after been deformed or at low temperatures tensile tests have been performed on specimens machined in both longitudinal and long transverse orientation of the sheet. These tests have been carried out in the temperature range between +20 and -30° C at strain rates between 10^{-1} and 10^{-3} s⁻¹. Both ultimate tensile strength and elongation are noticeably high while yield strength results relatively low in all the tests. Metallographic study by optical and scanning electron microscopy revealed a marked deformation of the austenite by twinning but no change of phase was detected.

PALABRAS CLAVE: Acero de alta resistencia. Velocidad de deformación. Temperatura. Maclado.

1. INTRODUCCIÓN

Las crecientes exigencias de reducir las emisiones de gases contaminantes a la atmósfera han llevado a los fabricantes de automóviles a realizar un esfuerzo para desarrollar vehículos con un menor consumo de combustible. La consecución de este objetivo implica la introducción de mejoras en el motor, incrementando su eficacia, pero la principal labor va encaminada a una disminución del peso del vehículo.

Una vía posible de mejora se basa en la sustitución del acero tradicionalmente empleado en la carrocería de los automóviles por otros materiales más ligeros. Así, en los modelos que han aparecido en el mercado en los últimos años se observa un creciente empleo de aleaciones de aluminio e incluso, en algunas piezas no estructurales, de magnesio en sustitución del acero. Esto ha llegado al punto de que la carrocería de algunos vehículos de la gama alta se haya fabricado totalmente en aleaciones de aluminio. Sin embargo, los lógicos deseos de un mayor confort y seguridad pueden arruinar estos intentos. Por un lado estos materiales poseen una menor rigidez que el acero lo que obliga, en muchos casos, a incorporar un equipamiento suplementario. Es evidente que ello va en

contra de la pretendida reducción de peso. Por otro no se puede olvidar que el coste de estas carrocerías resulta apreciablemente más alto que el de las tradicionales de acero, por lo que su posible utilización en automóviles de las gamas media o baja parece prohibitiva.

Otra posible solución, que está logrando una aceptación creciente entre los fabricantes de automóviles, consiste en mantener el acero como el material utilizado en la carrocería. Para vencer el inconveniente que representa la elevada densidad de éste se han desarrollado nuevas calidades que permiten obtener notables aumentos de resistencia mecánica. De esta forma se puede lograr el objetivo de reducir el peso gracias al uso de secciones más esbeltas. Los aceros de resistencia mecánica muy alta no constituyen un desarrollo reciente sino que son conocidos desde hace ya muchos años. Sin embargo, tradicionalmente este incremento de resistencia ha ido acompañado de una disminución de la ductilidad, y por tanto de la capacidad de conformado. Por otra parte, las dificultades de soldadura de estos aceros impedían su uso en muchos componentes y, más concretamente, en la carrocería.

Sin entrar en detalles acerca del sucesivo desarrollo de nuevos aceros, que puede encontrarse en la referencia [1], si se deben comentar algunos aspectos que ayudarán a comprender los resultados obtenidos en el presente trabajo. El primer paso en la consecución de una mejor combinación de propiedades de resistencia y ductilidad se dio a mediados de los años 70 del siglo pasado con el desarrollo de los llamados aceros de fase dual. Estos aceros, habitualmente se designan por las iniciales de este nombre en inglés (DP), seguidas de dos números, correspondientes a los valores medios del límite elástico y de la resistencia a la tracción. No obstante, a veces por una mayor simplicidad se suele incluir sólo este último.

La microestructura de estos aceros se halla constituida por dos fases, de ahí su nombre. La ferrita, fase blanda, forma la matriz en tanto que la martensita, fase dura, en un porcentaje en torno al 20%, se encuentra dispersa a través de ella. La consecución de esta microestructura se logra mediante un enfriamiento rápido del acero hasta la temperatura en que se forma la ferrita, un mantenimiento a esta temperatura hasta obtener la cantidad deseada de esta fase, y un nuevo enfriamiento rápida a temperaturas muy bajas para obtener martensita. Se procura evitar al máximo que se formen perlita o bainita [2]. Durante la deformación la presencia de las partículas duras en la ferrita, blanda, incrementa notablemente el índice de endurecimiento por deformación, permitiendo alcanzar una buena combinación de resistencia y ductilidad [3].

Un nuevo avance, en los inicios de los años 90, fue el desarrollo de los aceros TRIP, iniciales en inglés de Transformation Induced Plasticity (plasticidad inducida por transformación). La elevada resistencia mecánica de este tipo de aceros se consigue por la adición de algunos elementos de aleación y la aplicación de un tratamiento térmico especial. Éste consiste en un mantenimiento en el margen de temperaturas de formación de la bainita, tras un recocido para obtener austenita y ferrita. Como consecuencia de ello se consigue una microestructura constituida por ferrita, bainita y austenita retenida, que se ve enriquecida en carbono por el desprendido en la formación de la bainita. La austenita, que es metaestable a temperatura ambiente, se transforma en martensita cuando se le somete a deformación [4]. Para garantizar una alta capacidad de conformado la austenita retenida debe poseer la denominada estabilidad óptima de forma que pueda experimentar una transformación progresiva, que se traducirá en un aumento continuo del exponente de endurecimiento por deformación. La estabilidad de la austenita depende de una serie de variables tales como composición química, morfología y tamaño de la austenita retenida (cuanto más fina será más estable) parámetros de proceso y las condiciones de conformado (temperatura, deformación, velocidad de deformación y estado tensional) [5].

La filosofía que se encuentra detrás del desarrollo de los llamados aceros TWIP es diferente. En este caso se busca que la austenita sea totalmente estable en el curso

de la deformación y la elevada plasticidad no se obtiene por la transformación de la austenita en martensita sino por el maclado de aquella. De ello deriva su nombre, puesto que corresponde a las iniciales en inglés de Twinning Induced Plasticity (plasticidad inducida por maclado). Los primeros aceros de esta familia datan de finales de los años 90 del siglo pasado.

El maclado de la austenita conduce a un alto valor del índice de endurecimiento por deformación. No obstante, el principal mecanismo de deformación de estos aceros continúa siendo el deslizamiento de dislocaciones. El mayor efecto de la creación de nuevas maclas en el curso de la deformación es la generación de unos fuertes obstáculos a este deslizamiento, similares a las juntas de grano, lo que representa una especie de mecanismo dinámico de Hall-Petch, y conduce a un endurecimiento por deformación muy elevado [6]. Se ha señalado que el índice de endurecimiento por deformación alcanza un valor tan elevado como es 0.4 cuando la deformación se sitúa en torno al 30% manteniéndose prácticamente constante hasta deformaciones del 50%. Este elevado índice de endurecimiento por deformación se traduce en la consecución de unos valores muy altos de resistencia mecánica y ductilidad. La resistencia a la tracción de este tipo de aceros llega a valores de unos 1100MPa, en tanto que los alargamientos a la rotura pueden superar el 90% para un acero con un 25% de manganeso, 3% de silicio y 3% de aluminio [7-8].

La acción de maclado se produce únicamente cuando la energía de defectos de apilamiento se sitúa entre 18 y 50-80mJ/m². Para valores inferiores a éstos se produce la transformación de la austenita en martensita, en tanto que si la energía de defectos de apilamiento supera el máximo de ese intervalo el único mecanismo operante es el deslizamiento de dislocaciones [9]. Sin embargo, es sobradamente conocido, que la transformación de la austenita en martensita se puede ver favorecida por una reducción de la temperatura a la que se encuentra el acero, transformación que además se ve favorecida por la reducción de la energía de defectos de apilamiento que conlleva esta disminución de temperatura. Éste es un aspecto que deberá ser tenido en consideración a la hora de valorar las prestaciones de una carrocería de automóvil.

El presente trabajo, que forma parte de un proyecto cuyo objetivo es estudiar las prestaciones de diferentes aceros de alta resistencia y de sus uniones soldadas, es analizar el efecto que ejercen la temperatura o la velocidad de deformación sobre las propiedades mecánicas y la microestructura de un acero austenítico tipo TWIP.

2. TÉCNICA EXPERIMENTAL

Como se ha señalado el acero utilizado en el presente estudio corresponde a una chapa de 1.7mm de espesor de un acero austenítico tipo TWIP, desarrollado de una forma conjunta por Arcelor y TKS, y designado por el

nombre comercial de X-IP1000. La composición de este acero incluye un elevado porcentaje de manganeso (en torno al 22%) y un apreciable porcentaje de carbono (0.6%). Esta composición otorga una gran estabilidad a la austenita, ya que ambos elementos poseen un carácter gammágeno, que debe mantenerse inalterada incluso tras la realización de un ensayo de tracción a temperatura ambiente en que se observa la aparición de un maclado muy intenso [10].

Se mecanizaron probetas de tracción de esta chapa tanto en orientación longitudinal como transversal. Estas probetas fueron ensayadas a diferentes temperaturas y velocidades de deformación tal y como muestra la tabla 1.

Tabla 1. Condiciones en que se efectuaron los ensayos de tracción de las diferentes probetas

probeta	orientación	temperatura (° C)	velocidad de deformación (s ⁻¹)
L1	longitudinal	20	10 ⁻³
T1	transversal	20	10 ⁻³
L2	longitudinal	20	10 ⁻¹
T2	transversal	20	10 ⁻¹
L3	longitudinal	0	10 ⁻¹
T3	transversal	0	10 ⁻¹
L4	longitudinal	-30	10 ⁻¹
T4	transversal	-30	10 ⁻¹

Estos ensayos se efectuaron siguiendo las indicaciones de la norma EN10002, con un extensómetro acoplado a la probeta, registrándose de forma continua las curvas tensión – alargamiento que fueron transformadas en las correspondientes de tensión real – deformación con vistas al posterior cálculo del índice de endurecimiento por deformación. Los ensayos a temperatura inferior a la ambiente se realizaron en una cámara, manteniendo las probetas a la temperatura deseada por un periodo de 20 minutos antes de comenzar el ensayo.

Finalizado el ensayo las dos superficies de fractura de la probeta fueron examinadas en un pequeño microscopio estereoscópico para definir la morfología de la fractura y decidir la zona por donde se efectuarán los cortes para la obtención de las probetas metalográficas. Una mitad de las probetas se destinó a un examen más exhaustivo de su superficie de fractura en el microscopio electrónico de barrido, en tanto que la otra fue seccionada por la zona elegida para la preparación de la correspondiente probeta metalográfica. Las probetas fueron atacadas con diferentes reactivos metalográficos para lograr un mejor revelado de las distintas fases presentes y examinadas en primer lugar en el microscopio óptico y, posteriormente, en el electrónico de barrido. En otro trabajo posterior se ofrecerá un mayor detalle de la metodología utilizada en este estudio metalográfico [11]. La microestructura de estas probetas fue comparada con

la que poseía el acero antes de ser sometido al ensayo de tracción para detectar la posible transformación de la austenita en martensita como consecuencia de la deformación o la permanencia a baja temperatura. Para conseguir una mayor fiabilidad en la detección de esta posible transformación se efectuó un análisis de las probetas por medio de difracción de rayos X, midiéndose además el contenido en carbono que posee la austenita.

3. RESULTADOS

La tabla 2 presenta los resultados registrados en los ensayos de las distintas probetas. En esta tabla, además de los valores de límite elástico, resistencia a la tracción y alargamiento, tradicionalmente medidos en un ensayo de tracción, se incluye el del producto de la resistencia a la tracción por el alargamiento que proporciona una idea de la combinación de ambas variables. Sin embargo, no se ha incluido el valor del índice de endurecimiento por deformación por las razones que se mencionarán más adelante en este mismo trabajo.

Tabla 2. Resultados registrados en los ensayos de tracción de las diferentes probetas.

probeta	L.E. (MPa)	R.T (MPa)	Alarg. (%)	R.T x Alarg (MPa . %)
L1	586	1186	42.0	48972
T1	593	1176	46.0	54096
L2	705	1096	40.5	44388
T2	701	1050	34.0	35700
L3	599	1006	33.3	33198
T3	571	1044	35.5	37062
L4	583	1101	50.5	55600
T4	560	1076	40.0	43040

Pese al reducido volumen de datos aún disponible ya que el proyecto del cual se han extraído estos resultados se inició el año 2007, esta tabla exhibe algunos aspectos dignos de ser comentados. En primer lugar se aprecia una gran similitud entre los resultados obtenidos en los ensayos de las probetas extraídas ambas orientaciones, aspecto de interés a la hora de pensar en el conformado de las chapas. Por otro lado, los valores de la resistencia a la tracción se hallan todos los casos ligeramente por encima de los 1000MPa, como era de esperar habida cuenta de la calidad del acero estudiado.

Sin embargo, el valor del límite elástico resulta bastante bajo en todos los casos. La única excepción parece hallarse en los ensayos efectuados a 20° C, a la mayor velocidad de deformación. La obtención de un valor más alto en estos ensayos que en los efectuados a velocidad 100 veces menor, concuerda con la tendencia habitual en materiales metálicos pero es conveniente disponer de un mayor volumen de datos antes de elevarla al carácter de conclusión definitiva. Los valores del alargamiento a la

rotura también resultan muy elevados, rebasando en la gran mayoría de los casos el 40% y llegando incluso a alcanzar el 50%. Estos bajos valores del límite elástico se traducen en que el material comenzara a deformarse plásticamente con relativa facilidad pudiendo, dado el elevado nivel de la resistencia a la tracción alargarse de una forma notable antes de que se produzca la rotura.

No se aprecia un efecto significativo de la temperatura o la velocidad de deformación sobre la resistencia a la tracción o el alargamiento a la rotura aunque el reducido volumen de datos disponible hasta el momento impide elevar esta hipótesis a conclusión definitiva. Por el contrario, ya se ha comentado que si parece observarse, un aumento del límite elástico al elevar la velocidad de deformación, tanto en una como otra orientación de las probetas.

Siendo importantes todos estos datos el que más destaca es el correspondiente a los productos de la resistencia la tracción por el alargamiento a la rotura. Este producto se puede emplear como indicativo de las prestaciones de un acero. En la tabla 3 se incluyen, como comparación, los valores de este producto para aceros de los tipos DP, TRIP y, para conseguir una visión más amplia de este aspecto, dos aceros inoxidable austeníticos, extraídos de la referencia [12].

Tabla 3. Valor del producto de la resistencia a la tracción por el alargamiento a la rotura de diversos aceros.

acero	R. T. x Alargamiento (MPa . %)
DP 280/600	19200
DP 300/500	16000
DP 350/600	16200
DP 400/700	15400
DP 500/800	12800
DP 700/1000	15000
TRIP 350/600	19200
TRIP 450/800	13600
AISI 304	20600
AISI 304L	18000

Se observa fácilmente que el resultado de este producto no sólo supera ampliamente, en todos los casos, el valor del mismo registrado en otros aceros, que pueden ser considerados candidatos alternativos para la fabricación de la carrocería sino incluso en dos aceros inoxidable austeníticos que se suelen citar como el ejemplo de una gran capacidad de conformado.

Como se ha señalado previamente en la tabla 2 no se han incluido los valores del índice de endurecimiento por deformación. Existen dos razones para ello. Por un lado, el reducido volumen de datos disponible hasta el momento de redactar el presente trabajo, uno por cada condición de ensayo, pone en duda la representatividad de los valores medidos. Por otro, y más importante, el

valor de este índice varía a lo largo del ensayo. En los momentos iniciales de la deformación el valor del índice de endurecimiento crece de forma notable. A partir de una deformación que, aunque varía de un ensayo a otro, como valor promedio se sitúa en torno a 0.15, se reduce el ritmo de crecimiento de este índice. Pese a hacerlo a menor velocidad el índice, sigue incrementándose hasta un valor que, como promedio, se halla en torno a 0.48, para a continuación disminuir ligeramente en las etapas del ensayo que preceden a la rotura. En un trabajo en el cual se comparó la evolución de los valores del índice de endurecimiento por de este acero frente a otros del tipo DP y TRIP otros investigadores [13] postularon que en las etapas iniciales de la deformación los valores del índice de endurecimiento por deformación registrados en estos aceros superaban a los medidos en el acero TWIP. Sin embargo, conforme la deformación avanza, la falta de estricción exhibida por el acero TWIP, en contraste con los de los otros tipos, permite que el índice de endurecimiento de aquél no sólo iguale los valores de los otros aceros sino que los rebase ampliamente.

El examen en el microscopio óptico de las probetas extraídas de la chapa en su estado de recepción revela una microestructura constituida por bandas de austenita, sin ningún signo de la presencia de otra fase. Este hecho fue ratificado mediante un análisis por difracción de rayos X de una muestra de material en este estado. El uso de mayores aumentos apunta a la existencia de un gran número de maclas en esta austenita, hecho que se ve confirmado en el curso del examen de estas probetas en el microscopio electrónico de barrido.

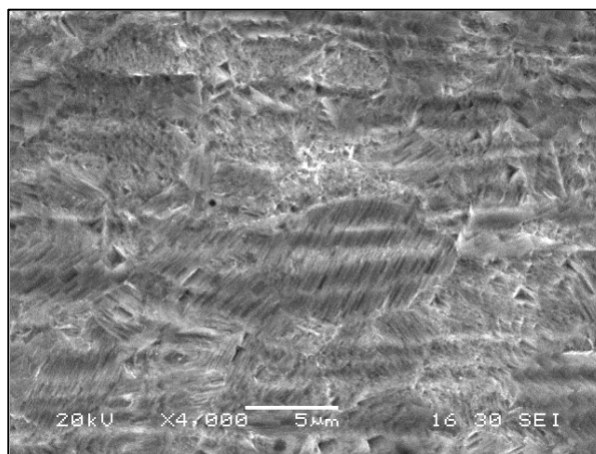


Figura 1. Maclas en el interior de los granos de austenita en la probeta de tracción T1

Las probetas de tracción después del ensayo mantienen esta microestructura totalmente austenítica como se ha podido comprobar tanto metalográficamente como por medio de difracción de rayos X. El examen de estas probetas en el microscopio óptico apunta a la existencia de un número de maclas incluso sensiblemente mayor que el observado en el material de partida. Una vez más

la microscopía electrónica de barrido representa una gran ayuda en este estudio. La micrografía de la figura 1 presenta un claro ejemplo del gran número de maclas, de tamaño sumamente fino, existentes en el interior de un grano de austenita de una de las probetas de tracción. En concreto esta probeta ha sido ensayada a temperatura ambiente pero una morfología totalmente similar se ha observado en las ensayadas a baja temperatura. Estas maclas han actuado a modo de una barrera que se opone al deslizamiento de las dislocaciones, de forma similar a lo que sucede con las juntas de grano y, por ello, la resistencia del acero se ha incrementado de forma muy notable. El empleo de difracción de rayos X permite comprobar que el contenido en carbono de la austenita se sitúa en torno a 0.6, valor que concuerda con el de la composición química del acero.

El examen de las superficies de fractura de las probetas de tracción pone de manifiesto que todas ellas se hallan totalmente cubiertas de cúpulas dúctiles indicando que el mecanismo operante es uno de coalescencia de microcavidades. Este resultado concuerda con lo esperado ya que la austenita corresponde a una solución sólida de carbono en hierro gamma, cuya red cristalina es cúbica centrada en las caras. En la micrografía de la figura 2 se puede observar un ejemplo de estas cúpulas dúctiles.

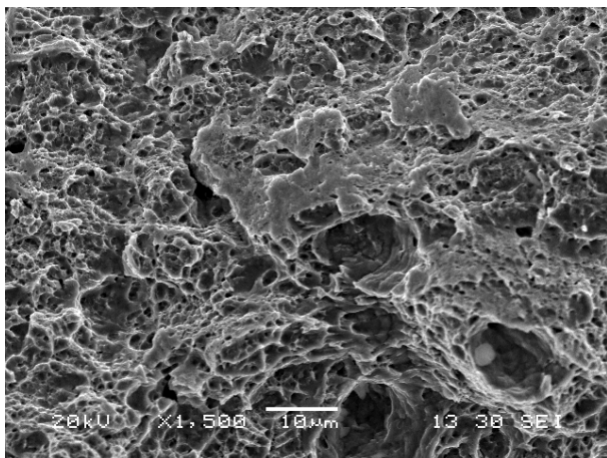


Figura 2. Cúpulas dúctiles en la superficie de fractura de la probeta L2

La mayoría de las cúpulas se encuentran vacías pero en unas pocas se observan las inclusiones responsables de su formación. Algunas de estas inclusiones poseen un tamaño bastante apreciable, como sucede por ejemplo con la que exhibe, rota en varios trozos, la micrografía de la figura 3. El análisis de esta partícula mediante espectrometría por dispersión de energía de rayos X conduce al espectro de la figura 4. En este espectro se observan los picos de vanadio, titanio, niobio, carbono, hierro y manganeso provenientes estos dos últimos, con casi completa seguridad, de la matriz circundante y no entran a formar parte, al menos en cantidad reseñable, de la partícula.

La identificación, por tanto, de esta inclusión como un carburo complejo de vanadio, titanio y niobio. La razón para la adición de estos elementos a la composición del acero debe buscarse en el deseo de evitar que el carbono que no se encuentra en solución sólida en la austenita, se combine con el hierro pasando a formar cementita, fase que resulta indeseable en este tipo de materiales por la disminución de ductilidad que conlleva su presencia.

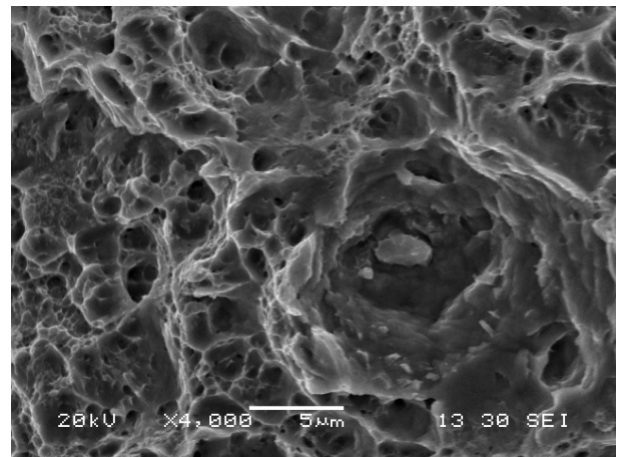


Figura 3. Inclusión en el interior de una cúpula dúctil en la superficie de fractura de la probeta L2

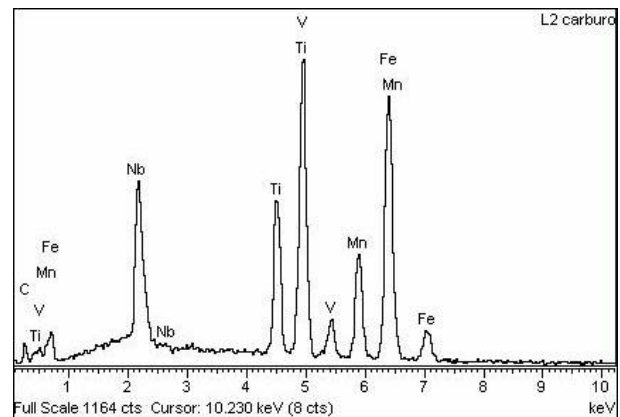


Figura 4. Espectro de la inclusión de la figura 3.

Los resultados obtenidos hasta el momento apuntan a unas excelentes propiedades mecánicas del acero, no sólo a temperatura ambiente sino también a otras tan bajas como -30° C. Se ha comprobado que la austenita es estable en todas las condiciones de ensayo analizadas y que el acero posee un índice de endurecimiento por deformación elevado, lo que facilita alcanzar unos altos valores de resistencia mecánica y ductilidad. La elevada resistencia permite el empleo de perfiles más delgados con la consiguiente reducción de peso de la estructura.

Con vistas a poder confirmar o desmentir algunas de las hipótesis formuladas en el presente trabajo, actualmente

se está efectuando una serie de ensayos adicionales. Así mismo, se está procediendo a la unión de chapas de este acero por diversos procesos de soldadura, dado que las estructuras incluyen habitualmente numerosas juntas y las excelentes prestaciones del acero base pueden verse arruinadas por un deficiente proceso de unión.

4. CONCLUSIONES

- a. Se han analizado los efectos ejercidos por la temperatura y la velocidad de deformación tanto sobre las características mecánicas como sobre la microestructura de un acero tipo TWIP que contiene 0.6% de carbono y 22% de manganeso
- b. En todas las condiciones estudiadas, el acero exhibe una elevada resistencia a la tracción y una excelente ductilidad. El producto de estos dos valores, empleado como un indicativo de las prestaciones del acero, supera no sólo el de otros aceros candidatos para su utilización en la fabricación de la carrocería de automóviles sino incluso el de los inoxidables austeníticos.
- c. Los valores del límite elástico se sitúan a un nivel bastante bajo, lo que supone que el inicio de la deformación será relativamente sencillo, permitiendo la gran separación entre este valor y el de la resistencia a la tracción que se logre una notable deformación antes de que aparezca el fallo.
- d. Los resultados disponibles apuntan a que el límite elástico se incrementa al aumentar la velocidad de deformación, tendencia habitual en los aceros, aunque el reducido volumen de datos impide confirmar esta hipótesis.
- e. El índice de endurecimiento por deformación se incrementa notablemente en la etapa inicial de la deformación, para seguir posteriormente creciendo, aunque de forma más paulatina hasta alcanzar un valor del orden de 0.48 y disminuir ligeramente en los instantes previos a la rotura.
- f. La observación metalográfica de las probetas extraídas de la chapa en su estado de recepción apunta a una microestructura constituida por austenita exclusivamente. Esta hipótesis se ve confirmada por el análisis realizado mediante difracción de rayos X.
- g. Las probetas de tracción después de su ensayo también exhiben una microestructura formada únicamente por austenita. No obstante, existe una diferencia significativa con respecto a la microestructura observada en la chapa en el estado de recepción puesto que el número de maclas existente en el interior de los granos es

notablemente mayor. Estas maclas han actuado a modo de barrera dificultando el deslizamiento de las dislocaciones, aumentando la resistencia del acero.

- h. Las superficies de fractura de la totalidad de las probetas de tracción se hallan cubiertas por las cúpulas dúctiles características de la actuación de un mecanismo de coalescencia de microcavidades.

REFERENCIAS

- [1] D. Ponge *Structural Materials – Steels*. Marie Curie Summer School Hürtgenwald (2005).
- [2] K. P Imlau y T. Heller. *Steel Research Int.* (2007), Vol. 78 Nº 3, 180-184.
- [3] M. Centi y S. Saliceti. *Transformation Induced Plasticity (TRIP), Twinning Induced Plasticity (TWIP) and Dual Phase (DP) Steels*. Special treatise on materials science. Tampere University of Technology (2003).
- [4] <http://www.key-to-steel.com>
- [5] M. Mukherjee, O. N Mohanty, S. Hasimoto, T. Hojo y K. Sugimoto *ISIJ International* (2006), Vol. 46 Nº 2, 316-324.
- [6] S. Allain, JP. Château, D. Dahmoun y O. Bouaziz. *Mater. Sci. Engng A.* (2004) Vol. 387-389, 272.
- [7] O. Grässel y G. Frommeyer. *Mater. Sci. Tech.* (1998), Vol. 14, 1213-1217.
- [8] G. Frommeyer y E. J. Drewes *La Revue de Métallurgie* (2000). Oct. 1245-1253
- [9] M. Iker, D. Gaude-Fugarolas, P. J. Jacques y F. Delannay. *Advanced Materials Research* (2007) Vol. 15-17, 852-857.
- [10] G. Scott, S. Allain, M. Faral y N. Guelton. *La Revue de Métallurgie* (2006). Jun. 293-302.
- [11] E. Silveira, A. M. Irisarri, I. Eizagirre y J. J. Añorga *Valoración microestructural de aceros de altas prestaciones*. A ser presentado en las 5ª Jornadas de Materiología y Caracterización Microestructural. San Sebastián, Mayo (2008).
- [12] *Metallurgy and properties of wrought stainless steels*. Stainless Steels. ASM International (1994), 26.
- [13] D. Cornette, P. Cugy, A. Hildenbrand, M. Bouzekri y G. Lovato. *La Revue de Métallurgie* (2005). Dec. 906-918.

CORROSIÓN BAJO TENSIÓN DE ACEROS ESTRUCTURALES SUMERGIDOS EN BAÑOS DE GALVANIZACIÓN

J. Carpio¹, J. A. Casado, J.A. Álvarez, D. Méndez, F. Gutiérrez-Solana

¹ División de Ciencia e Ingeniería de los Materiales (LADICIM)
E.T.S.I. de Caminos, Canales y Puertos. Universidad de Cantabria
Avda. de los Castros, s/n. 39005 Santander, España
E-mail: carpioj@unican.es

RESUMEN

Los fallos durante la galvanización, aunque ocasionales, tienen importancia por la responsabilidad de las estructuras involucradas. Tradicionalmente se han relacionado dos procesos con el fenómeno: Corrosión por metal líquido y Fragilización por hidrógeno. Ésta última se descarta en este artículo tras realizar ensayos de concentración de hidrógeno sobre piezas galvanizadas. Después se detalla la realización de ensayos de fisuración de probetas CT de acero sumergidas en Zn líquido con un 1,1 % de Sn. Los resultados obtenidos fueron:

- El valor de K_{th} umbral por debajo del cual no se produce propagación de una fisura.
- La velocidad de propagación subcrítica $(da/dt)_{II}$ de las fisuras en el acero.
- El diagrama de fallo (FAD) del acero para dos condiciones de carga diferentes.

El examen microscópico reveló propagación intergranular y formación del compuesto FeSn en frentes de fisura.

A la vista de estos resultados se proponen los puntos clave de un modelo cualitativo de fallo consistente en la acumulación de Sn y Pb en frentes de fisura, seguida de la formación de FeSn y de la rotura de este compuesto debido a tensiones acumuladas.

ABSTRACT

Failures during galvanizing are occasionally, but they are important because of the high responsibility of the evolved structures. Traditionally two processes have been related with this phenomenon: Liquid metal assisted cracking and hydrogen embrittlement. Hydrogen influence is discarded after the hydrogen concentration tests performed in this paper. Afterwards, crack characterisation tests on steel CT specimens which are immersed in liquid Zn with 1,1% Sn are detailed. The obtained results were:

- The value of K_{th} as the threshold to produce liquid metal assisted cracking.
- The subcritical crack propagation rate $(da/dt)_{II}$.
- The failure assessment diagram (FAD) of the steel for two different load conditions.

Microscopy revealed intergranular propagation and the existence of an intermetallic compound, the FeSn, in crack tips.

As a result, authors propose the key points of a qualitative failure model which consists of a first step of accumulation of Sn and Pb in crack tips, a second step of production of FeSn compound, and a final step of FeSn cracking due to accumulated stresses.

PALABRAS CLAVE: Galvanización, fragilización por metal líquido, fragilización por hidrógeno.

1. INTRODUCCIÓN Y OBJETIVOS

La galvanización en caliente o general es una técnica de protección de metales frente a la corrosión atmosférica que consiste en la inmersión de la pieza a proteger en un baño de Zn líquido, normalmente a una temperatura de 450°C, durante 3-7 minutos. En ese tiempo de inmersión tienen lugar reacciones químicas entre el acero y el Zn que producen las capas de compuestos intermetálicos que aparecen en la figura 1, obteniéndose una capa protectora de 150 μm , aproximadamente.

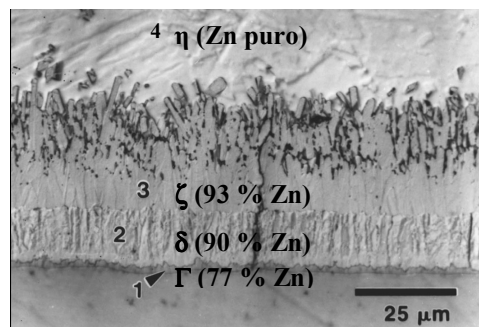


Figura 1. Microestructura de las capas Fe-Zn en un producto galvanizado en caliente. Imagen obtenida por microscopía electrónica de barrido [1].

Ocasionalmente, durante la galvanización en caliente de grandes componentes de acero estructural se produce en ciertas zonas una fragilización local que da lugar a grietas que quedan recubiertas por Zn y no se detectan hasta la puesta en servicio de la estructura. Véase un ejemplo en la figura 2.

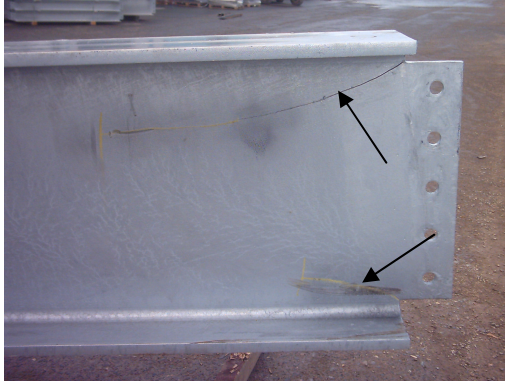


Figura 2. Ejemplo de perfil IPE con fisuras surgidas durante la galvanización.

Durante los últimos 25 años diferentes proyectos de investigación en todo el mundo han intentado establecer las causas del fenómeno de fragilización y proponer soluciones. Se ha establecido con seguridad que el fallo se debe a un proceso de corrosión bajo tensión [2,3], en el que intervienen simultáneamente un material susceptible (el acero estructural), un estado tensional adecuado (debido a tensiones residuales y a choque térmico) y un ambiente agresivo, como se observa en la figura 3. El ambiente agresivo se considera que es el metal líquido compuesto mayoritariamente por Zn, con un 1 % Pb y, en muchos baños actuales, un 1 % de Sn y un 0,1 % Bi para controlar el espesor del recubrimiento en aceros ricos en Si y P. Sin embargo, no se descarta la presencia de hidrógeno procedente de etapas de limpieza de la superficie del acero (decapado ácido y fluxado con cloruro de Zn y amonio).

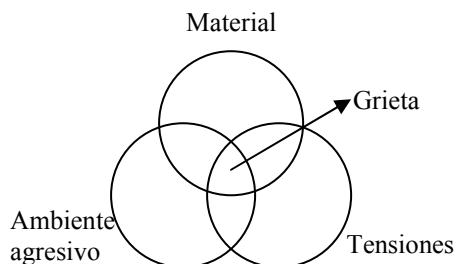


Figura 3. Factores que provocan corrosión bajo tensión..

No obstante, a pesar de que se han estudiado bien estos factores a gran escala, y ya existen unas guías válidas con recomendaciones a fabricantes y galvanizadores para evitar fallos [4], no se ha establecido de forma clara los mecanismos que a pequeña escala explican la aparición del fenómeno de fisuración durante la galvanización en caliente.

En un artículo presentado en el número anterior de esta revista [5], se realizó un primer estudio del conjunto de factores ambientales que influyen, a pequeña escala, en el fallo durante la galvanización. Las conclusiones a las que se llegó en ese artículo fueron las siguientes:

- 1.- Todos los aceros estructurales estudiados presentan pérdida de resistencia y ductilidad a 450°C. Dichas propiedades se recuperan tras realizar la galvanización.
- 2.- El fluxado aumenta la rugosidad superficial debido a que produce una reacción química en la superficie del acero, sobre el que deposita Zn. Esa reacción tiene lugar desde el momento en que comienza el fluxado, no ocurre solamente durante la galvanización, como se creía previamente [1,2].
- 3.- La reacción durante el fluxado puede hacer aumentar el contenido de hidrógeno, al menos en la superficie del acero. Ese hidrógeno se mantiene tras la galvanización, aunque no se ha precisado si en el recubrimiento de Zn o en el acero base. El decapado, siempre que se use un inhibidor apropiado, no introduce hidrógeno en el acero.
- 4.- En zonas cercanas al límite entre el acero base y las capas Zn-Fe, sobre todo entre las capas δ y ζ , y en el fondo de las fisuras y entallas, existen acumulaciones de Sn y Pb, que forman mezclas de bajo punto de fusión reactivas con el acero, debido a la presencia del Sn.

Con este conocimiento de fondo se pretende realizar dos conjuntos de ensayos:

A.- Ensayos de determinación de la concentración de H en un acero galvanizado en diferentes condiciones con el fin de obtener el lugar en el que se acumula el H procedente del fluxado, acero base o recubrimiento de Zn. Con estos ensayos se pretende avanzar en el conocimiento de la influencia del H en el proceso de fallo durante la galvanización.

B.- Ensayos de fisuración controlada con probetas CT que reproduzcan lo más fielmente posible los casos reales. Con estos ensayos se pretende obtener los parámetros del material y los datos más importantes durante el proceso de fallo (K_{th} , velocidad de propagación subcrítica, K_{Ic} , etc.).

La unión de los mencionados datos con lo obtenido en el examen microscópico de las probetas procedentes de los ensayos de fisuración controlada fundamenta la base para la elaboración de un modelo cualitativo del fallo a pequeña escala durante la galvanización en caliente.

2. METODOLOGÍA DE ENSAYO Y EQUIPO EXPERIMENTAL

2.1. Ensayos de concentración de hidrógeno.

Se ha dispuesto de una máquina de determinación de la concentración de hidrógeno por fusión marca Eltra ONH-2000, que determina la concentración de H de muestras de hasta 6x6x6 mm, aproximadamente. Si las probetas objeto de estudio están galvanizadas, existen tres lugares diferentes donde se puede acumular el H

procedente de las etapas de acondicionamiento superficial:

1.- El acero base, en este caso un acero EN 10025:2 S235JR.

2.- Los compuestos Fe-Zn producto de las reacciones de galvanización (capas 1, 2 y 3 de la figura 1). Su espesor medio es de 0,135 mm cuando el proceso de inmersión en Zn líquido ha durado 5 minutos, y de unos 0,02 mm si la inmersión dura 30 segundos o menos [1].

3.- La capa superior de Zn puro que recubre la pieza (capa 4 de la figura 1). Su espesor medio es de 0,020 mm cuando se ha producido una inmersión completa de 5 minutos, y puede aumentar hasta los 0,130 mm si la inmersión no supera los 30 segundos.

Para conocer en cuál de las tres partes del sistema se acumula H, se decidió realizar ensayos con probetas de distinta geometría, de forma que la relación entre el volumen de recubrimiento y el volumen de material base fuese diferente. También se sumergieron en Zn líquido probetas de la misma geometría pero durante tiempos diferentes, así se podían formar o evitar los compuestos Fe-Zn. De esta forma, con un sistema de 3 ecuaciones con tres incógnitas, se podría calcular la concentración del hidrógeno en cada parte del sistema.

De este modo, las condiciones elegidas para los ensayos fueron las siguientes:

1.- Probetas de 6x6x4,8 mm sumergidas durante 5'.

2.- Probetas de 6x6x1,5 mm sumergidas durante 5'.

3.- Probetas de 6x6x1,5 mm sumergidas durante 30'.

El número de probetas ensayadas de cada condición fueron 12, y se halló la media de los resultados válidos obtenidos para cada condición.

2.2. Ensayos de caracterización de la fisuración

La máquina de ensayos utilizada fue una Instron RIG, modelo H1730, con un actuador de 100 kN de capacidad, situada sobre una bancada de ensayos horizontal. Entre la bancada y el actuador se introdujo un horno de crisol que calentaba hasta 450°C un recipiente de 48 kg de baño de Zn líquido enriquecido en Sn y Pb con la composición indicada en la tabla 1.

Tabla 1. Composición del baño de Zn, Sn y Pb utilizado en los ensayos de caracterización de la fisuración

Zn (%)	Pb (%)	Sn (%)	Bi (%)	Al (%)	Cd (%)	Cu (%)
97,41	1,30	1,12	0,097	0,0004	0,0012	0,049

En este horno se sumergieron 16 probetas CT (D1 a D16) de 10 mm de espesor de acero EN 10025:4 S460M en posición horizontal, y para que el actuador vertical pudiera aplicar fuerza sobre ellas se diseñó un utensilio de forma triangular, en el que en la base se situaba la probeta y sobre el vértice superior el actuador, de forma que la probeta CT se solicitara horizontalmente y

podiera instalarse un extensómetro COD resistente a altas temperaturas. El equipo experimental se muestra en la figura 4, y los detalles del utensilio de aplicación de cargas se exponen en un artículo publicado en un número previo de esta revista [6].



Figura 4. Dispositivo de ensayo de caracterización de la fisuración.

Se realizaron dos grupos de ensayo con este dispositivo:

1.- Solicitación a carga constante durante tiempo indefinido hasta la rotura de la probeta. A partir de este grupo de ensayos se obtuvo una gráfica que correlaciona el K_I inicial frente al tiempo de rotura.

2.- Solicitación a posición de actuador constante durante tiempo indefinido hasta parada de fisura o rotura de la probeta. Debido al diseño del dispositivo experimental y al pequeño tamaño de la probeta, la posición constante en el actuador no implicaba posición constante en la línea de carga de la probeta, aunque sí se conseguía unas condiciones de ensayo notoriamente diferentes a las del caso 1. De estos ensayos se tomaron datos de carga, COD y posición a lo largo del tiempo para obtener velocidades de crecimiento de grieta, que se compararon con las obtenidas para un ensayo del grupo 1, del que se tomaron los mismos datos.

En total se realizaron 16 ensayos, pero sólo 8 fueron válidos. Todas las probetas ensayadas de forma válida fueron sometidas a un examen en un microscopio electrónico de barrido (*Scanning Electron Microscope*, SEM) marca Jeol, modelo JSM-5800LV, dotado de un detector de rayos X (*Energy Dispersive Spectroscopy*, EDS) marca Oxford Instruments.

3. RESULTADOS

3.1. Ensayos de concentración de hidrógeno

Los primeros ensayos de concentración de hidrógeno resultaron erróneos debido a que el baño de Zn utilizado, de 1,7 kg aproximadamente, acumulaba H a medida que se galvanizaban probetas. Debido a esto, se

galvanizaron probetas hasta conseguir unas condiciones de saturación en H del baño de metal líquido, y se procedió al ensayo propiamente dicho.

En la tabla 2 se muestran los resultados de las cantidades de H totales medias (junto con sus desviaciones típicas) para los distintos tipos de probeta ensayados. Para cada tipo de probeta se anota también los correspondientes valores del volumen del acero base, del volumen del recubrimiento de compuestos Zn-Fe y del volumen de capa de Zn puro.

Tabla 2. Cantidades de H y datos geométricos de las probetas sometidas a ensayo de [H]

Tipo de probeta	6x6x4,8 (5')	6x6x1,5 (5')	6x6x1,5 (30'')
Cantidad de H (10 ⁻⁶ g)	10,0 ± 1,7	5,9 ± 1,5	8,0 ± 2,0
Volumen de acero base (mm ³)	173,2	52,9	52,6
Volumen de compuestos Fe- Zn (mm ³)	25,3	14,5	2,2
Volumen de Zn puro (mm ³)	2,8	1,6	14,0

A partir de los datos de la tabla 2 se pueden plantear las ecuaciones (1), (2) y (3), cuyas incógnitas son las concentraciones de H en cada parte de la probeta: acero base, compuestos Fe-Zn o Zn puro.

$$10,0 \cdot 10^{-6} = 173,2 \cdot C_{\text{acero}} + 25,3 \cdot C_{\text{Zn-Fe}} + 2,81 \cdot C_{\text{Zn}} \quad (1)$$

$$5,9 \cdot 10^{-6} = 52,9 \cdot C_{\text{acero}} + 14,5 \cdot C_{\text{Zn-Fe}} + 1,6 \cdot C_{\text{Zn}} \quad (2)$$

$$8,0 \cdot 10^{-6} = 52,6 \cdot C_{\text{acero}} + 2,2 \cdot C_{\text{Zn-Fe}} + 14,0 \cdot C_{\text{Zn}} \quad (3)$$

Donde: C_{acero} : Concentración de H en el acero base; $C_{\text{Zn-Fe}}$: Concentración de H en los compuestos Fe-Zn; y C_{Zn} : Concentración de H en Zn puro. Unidades: g/mm³.

Resolviendo el sistema de ecuaciones y pasando los resultados a ppm de hidrógeno en acero ($\rho = 7,8 \text{ g/cm}^3$) o en Zn y sus compuestos ($\rho = 7,1 \text{ g/cm}^3$) se obtiene:

$C_{\text{acero}} = -0,4 \approx 0 \text{ ppm}$; $C_{\text{Zn-Fe}} = 50,3 \text{ ppm}$; $C_{\text{Zn}} = 74,4 \text{ ppm}$.

El error que se observa en el cálculo de C_{acero} se debe a la alta dispersión de los resultados de determinación de cantidad de H en la tabla 2.

3.2. Ensayos de caracterización de la fisuración

Antes de realizar los ensayos a carga constante y a posición de actuador constante en Zn líquido, se realizó un ensayo de tenacidad del acero objeto de estudio, EN 10025:4 S460M, en Zn líquido, según la norma ESIS P2-92 [7], y se obtuvo un valor de $J_c = 16 \text{ kN/m}$ ($K_{Ic} = 58 \text{ MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$). Por tanto, se tomó como requerimiento máximo de los ensayos de fisuración un valor de $K_I = 28 \text{ MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$, menor de la mitad del valor crítico.

En la gráfica K_I (inicial)-tiempo de rotura de la figura 5 se muestran los resultados de los ensayos de fisuración a carga constante de las probetas CT sumergidas en Zn líquido enriquecido con Sn. Se observa que a medida que disminuye el valor de K_I aumenta el tiempo necesario para la rotura, de forma que por debajo de aproximadamente $K_{th} = 19,5 \text{ MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$ ya no se produce la rotura en Zn líquido.

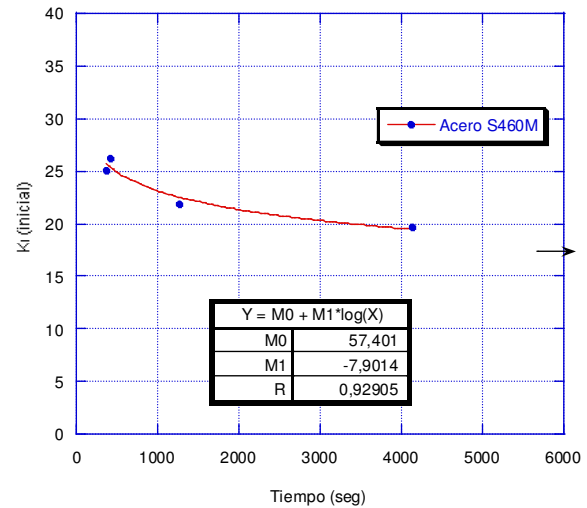


Figura 5. Gráfica K_I (inicial)-tiempo a rotura para los ensayos a carga constante en Zn líquido.

Por otro lado, se realizaron dos ensayos a posición de actuador constante (probetas D12 y D15), con K_I (inicial) de 24 y 26 $\text{MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$. En ningún caso se obtuvo la parada de fisura, por lo que no se pudo obtener el valor de K_{th} por este método. Sin embargo, sí se pudo obtener un valor de la velocidad de propagación de grieta subcrítica para las condiciones del ensayo que cumplieran con los requerimientos de la MFEL. Para las probetas estudiadas los valores de a/W iniciales eran 0,52, y los valores máximos hasta los que se podía aplicar MFEL (es decir, para los cuales no había plastificación de la probeta) fueron 0,61 y 0,60, respectivamente. Las velocidades de propagación medias obtenidas para las dos probetas en ese intervalo fueron las que se expresan en tabla 3. Esas velocidades se compararon con la obtenida para uno de los ensayos a carga constante realizados anteriormente (probeta D14). El valor obtenido también se observa en la tabla 3.

Tabla 3. Valores de las velocidades de propagación subcríticas del acero S460M en Zn líquido con Sn

Probeta D12 (Pos. actuador constante)	Probeta D15 (Pos. actuador constante)	Probeta D14 (Carga constante)
$4,6 \cdot 10^{-6} \text{ mm/s}$	$3,3 \cdot 10^{-6} \text{ mm/s}$	$4,9 \cdot 10^{-6} \text{ mm/s}$

Debido a que los datos a los que se podía aplicar MFEL eran un intervalo pequeño de los datos del ensayo (las probetas D12, D14 y D15 rompieron con valores de a/W de 0,81, 0,80 y 0,77, respectivamente), se decidió

elaborar un diagrama de fallo (FAD) que englobara todos los datos obtenidos durante el ensayo para las 3 probetas. El resultado se muestra en la figura 6.

Se observa que la zona donde se produce la rotura en el FAD corresponde a la que rige la MFEP, lo que coincide con los resultados de los ensayos J previos, que habían dado como resultado el parámetro J_c referido. Se trata de una rotura mixta. Se produce una fragilización, pero es necesaria cierta cantidad de deformación plástica para producirse la rotura.

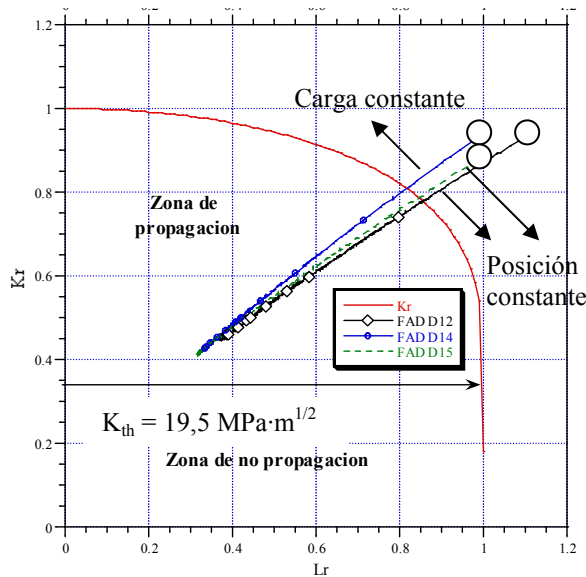


Figura 6. FAD de las probetas CT ensayadas en Zn líquido.

Se examinaron mediante SEM las probetas ensayadas en Zn líquido, especialmente la probeta D7, cuyo ensayo no fue válido debido a una mala aplicación de la carga, con lo que la probeta no llegó a romper. No obstante, hubo una propagación de grieta de unos 300 μm de longitud. Al analizar el perfil del frente de fisura se observó la presencia de un compuesto intermetálico, el FeSn. Un ataque con nital al 5% durante 20 segundos y un examen en microscopio óptico revelaron que la grieta era intergranular. Estos resultados se repitieron para las grietas secundarias del resto de las probetas, ya que la superficie de las grietas principales había sido disuelta por el Zn líquido al producirse la rotura completa durante el ensayo. En la figura 7 se observa la zona estudiada de la probeta D7. En la tabla 3 se muestra el resultado del microanálisis que revela la presencia de FeSn en el frente de fisura de la probeta D7, y en la figura 8 se muestra una micrografía que revela la intergranularidad de dicho frente de fisura.

Por último se analizó mediante SEM el frente de fisura, utilizando para ello el detector de electrones retrodispersados (que da distinto contraste en función de variaciones composicionales) y el de rayos X para identificar los elementos presentes en las distintas fases de la zona. Se detectó que en las zonas de las grietas y entallas situadas justo antes del frente de fisura, en las

que la cantidad de Zn es todavía apreciable, éste tiende a acumularse en las paredes de las fisuras, reaccionando con el acero base, y expulsando al Sn, Pb y, en ocasiones, restos de las sales del fluxado, a la parte central de la fisura. Véase como ejemplo la figura 9.

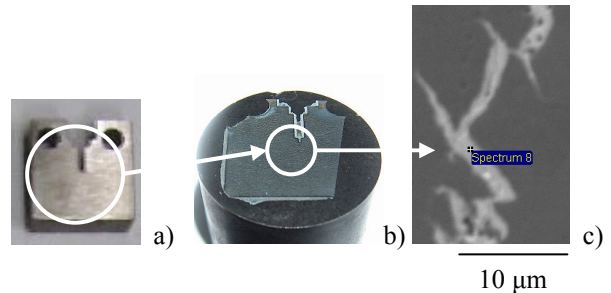


Figura 7. Esquema de la preparación del frente de fisura de la probeta D7 para análisis por SEM.

Tabla 3. Microanálisis EDS del punto indicado en la figura 7 c).

Elemento	% en peso	% atómico
Cl	0,14	0,34
Fe	32,97	50,71
Zn	1,09	1,43
Sn	65,47	47,38
Pb	0,33	0,14

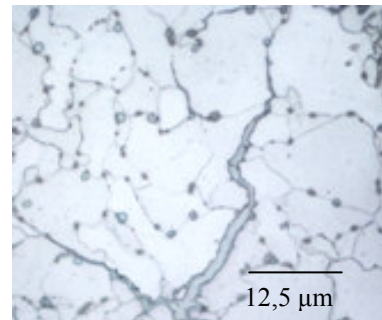


Figura 8. Examen por microscopía óptica del frente de fisura de la probeta D7.

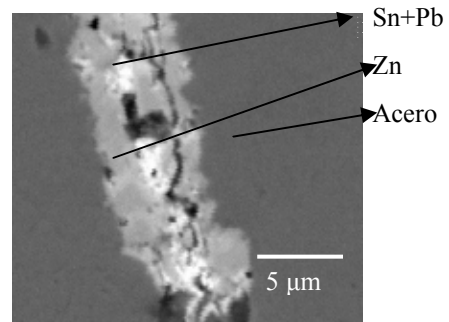


Figura 9. Disposición de elementos del baño de galvanización en una fisura (imagen obtenida por electrones retrodispersados en SEM).

4. DISCUSIÓN

A la vista de los resultados del apartado 3.1, se deduce que el H procedente de las etapas previas de la galvanización tiende a disolverse en el baño de Zn

líquido, y de ahí pasa en grandes cantidades a la capa η de Zn puro y a los compuestos Zn-Fe. Esas altas concentraciones se deben a que el H se acumula en los numerosos poros y microgrietas de estas sub-capas, de comportamiento frágil. Sin embargo, la concentración de H en el acero es residual. Por lo tanto, salvo en el caso de una concentración de H local en inclusiones, precipitados u otras “trampas”, el acero no absorbe el suficiente H (normalmente menos de 2 ppm [5]) para considerar que esté fragilizado.

Consecuentemente, en el fallo durante la galvanización sólo influye la corrosión metal líquido. A partir de los resultados presentados en [5] y de los presentados en el apartado 3.2, se puede proponer un modelo cualitativo cuyos puntos básicos son:

A) La concentración en frentes de fisura de Sn y Pb observada en [5] se debe a que estos elementos son rechazados de los compuestos Fe-Zn, en especial de la capa δ , hacia las zonas centrales y finales de las grietas.

B) El Sn forma un compuesto intermetálico frágil con el Fe, el FeSn, en los frentes de fisura y zonas de presencia de microgrietas (figura 8).

C) Para conseguir la propagación es necesario una deformación plástica del frente de fisura suficiente para que el compuesto FeSn se fissure y deje entrar más metal líquido a los bordes de grano, de forma que se repita el proceso descrito en A) y B) indefinidamente hasta el agotamiento de la tensión o del metal líquido. La deformación plástica es obligatoria, como indica el FAD. De ahí que en [5], en probetas DCB tensionadas y sumergidas en Zn líquido a las que se imponía posición en línea de carga de la probeta constante, no había propagación, mientras que en los ensayos presentados en 3.2, donde el desplazamiento en línea de carga es creciente, sí la hay.

La $(da/dt)_{II}$ obtenida para los baños de Zn enriquecidos con Sn es alta (3-5 $\mu\text{m/s}$). La obtención de esa velocidad en baños de Zn más puro es objeto de trabajo futuro.

Este comportamiento da lugar a la presencia en el material galvanizado o que se está galvanizando de zonas (como bordes de grano) rellenas de un material frágil que puede provocar la aparición de fisuras y su crecimiento ante tensiones residuales o mecánicas.

5. CONCLUSIONES

Las conclusiones a las que se ha llegado tras este estudio del fallo durante la galvanización han sido:

1.- El hidrógeno no es un agente fragilizante del acero estructural durante la galvanización, ya que no es absorbido en cantidad suficiente. Sí se acumula en los compuestos Fe-Zn, aunque estos ya son estructuralmente muy frágiles.

2.- El fallo durante la galvanización se produce por corrosión metal líquido. En el caso de baños de galvanización enriquecidos en Sn, este elemento forma el compuesto intermetálico frágil FeSn en los frentes de

entallas y fisuras previas. La presencia de este compuesto fragilizante es el detonante de la formación de fisuras durante la inmersión en metal líquido o en servicio bajo solicitaciones mecánicas moderadas.

AGRADECIMIENTOS

Este trabajo está financiado por la Comisión Europea (proyecto RFS-CR-03021), el Ministerio de Educación y Ciencia (MAT2003-20387-E) y el Gobierno de Cantabria (Programa de Mejora de la Calidad Investigadora). Los autores desean agradecer a Bill Rudd (Corus) y Boris Donnay (Arcelor) el suministro de material y a Javier Gutiérrez Saiz su contribución.

REFERENCIAS

- [1] MARDER, A.R. “The Metallurgy of Zinc-Coated Steel”, *Progress in Material Science*, Vol. 45. Pergamon, Elsevier. pp. 191-271.
- [2] KINSTLER, T.J. “Current Knowledge of the Cracking of Steels during Galvanizing – A Synthesis of the Available Technical Literature and Collective Experience” (27 páginas). Intergalva 06. European General Galvanizers Association. Nápoles (2006).
- [3] RUDD, W.J., DONNAY, B., FELDMANN, M., GUTIÉRREZ-SOLANA, F. *et al.* “FAMEGA - Failure Mechanisms during Galvanizing. Final Report” RFS-CR-03021 (150 páginas). Research Fund for Coal and Steel. European Commission. Bruselas, 2008.
- [4] “Guidance Note: The Design, Specification and Fabrication of Structural Steelwork that is to be galvanized” www.steelconstruction.org/steelconstruction/view?entityID=106&entityName=document&jsp=source&sessionID=-11193413060762003. Galvanizers Association. British Constructional Steelwork Association, Ltd. Londres, Reino Unido, 2007.
- [5] CARPIO, J., CASADO, J.A., ÁLVAREZ, J.A., GUTIÉRREZ-SOLANA, F. “Factores de influencia en los mecanismos de fallo de aceros estructurales galvanizados”. *Anales de Mecánica de la Fractura*. Vol. 24-I. Burgos. pp. 69-74.
- [6] CARPIO, J., ÁLVAREZ, J.A., CASADO, J.A., GUTIÉRREZ-SOLANA, F. “Diseño y validación de un utensilio para ensayos de tracción y fractura de probetas sumergidas en Zn líquido”. *Anales de Mecánica de la Fractura*. Vol. 23-I. Albarracín, Teruel. pp. 45-50.
- [7] ESIS P2-92. “ESIS Procedure for Determining the Fracture Behaviour of Materials”. European Structural Integrity Society, 27 páginas. Delft, Netherlands, 1992.

RESPUESTA MECÁNICA BAJO SOLICITACIONES DE CONTACTO EN ACEROS RECUBIERTOS

G. Ramírez ^{1*}, E. Tarrés ¹, B. Casas², I. Valls², R. Martínez³, L. Llanes ¹

¹Departamento de Ciencia de los Materiales e Ingeniería Metalúrgica, E.T.S.E.I.B.,
Universitat Politècnica de Catalunya, Avda. Diagonal 647
08028 Barcelona, España.

*E-mail: giselle.ramirez@upc.edu

² Rovalma S.A.
c/ Apol.lo 51, P.I.Can Parellada
08228 Terrassa Barcelona, España

³Departamento de Investigación y Desarrollo, Centro de Ingeniería Avanzada de Superficie
Asociación de la Industria Navarra, c/ S. Cosme y S. Damián
31191 Cordovilla Navarra, España

RESUMEN

En los utillajes empleados para el conformado en frío la deposición de recubrimientos cerámicos, con el fin de prolongar la vida útil del componente, es una técnica de modificación superficial de uso cada vez más frecuente. Sin embargo, esta implementación requiere un estudio especial debido a que el sistema está sometido a contacto mecánico repetitivo. En el presente trabajo, se evalúa la respuesta al contacto bajo solicitaciones monotónicas y cíclicas de dos sistemas constituidos por aceros herramienta de calidad comercial (DIN 1.2379 y Universal) recubiertos con TiN depositado por PVD. El estudio monotónico se realiza utilizando indentadores esféricos de carburo cementado con diferentes radios de curvatura y se centra en la determinación de las curvas tensión – deformación, la carga crítica para la aparición de daño y la presión límite de fluencia. Finalmente, del contacto bajo solicitaciones cíclicas se obtienen las curvas presión – número de ciclos, a partir de las cuales se determinan los parámetros de límite y sensibilidad a la fatiga para cada sistema sustrato-recubrimiento.

ABSTRACT

In tools used for the cold forming process deposition of ceramic coatings, with the aim of extending the lifetime of these components, is a surface modification technique of increasing usage. However, this implementation requires a special study due to the existence of cycling loading in the forming tools. In this work, the monotonic and cyclic mechanical contact behaviors are evaluated in two systems: commercial grade steels of DIN 1.2379 and Universal, coated with TiN deposited by PVD. The monotonic study is performed using spherical cemented carbide indenters of different curvature radii and it is focused on determining: the indentation stress-strain curve, critical load for damage appearance, and the yield pressure. Finally, the pressure-number of cycles curve is obtained from the cyclic contact behavior of the systems, and it is used to estimate the fatigue limit and fatigue sensitivity of the coated sets studied.

PALABRAS CLAVE: Fatiga por contacto, Aceros herramienta, Recubrimiento TiN

1. INTRODUCCIÓN

La aplicación de recubrimientos en herramientas de conformado representa una alternativa para mejorar las propiedades mecánicas y prolongar la vida en servicio de dichos componentes. Además, es un potencial campo de investigación debido a que el conformado constituye un amplio sector industrial incluso mayor que el de las herramientas de corte [1]. En este contexto, los recubrimientos empleados comúnmente son los nitruros (TiN, TiAlN, CrN), carburos (TiC, WC/C) y óxidos.

Por otro lado, los estados tensionales impuestos en los componentes de conformado son de particular interés debido a que las cargas concentradas por contacto o impacto generan tensiones locales que pueden alcanzar valores muy altos para cargas aplicadas relativamente bajas. Desde este punto de vista, la fatiga por contacto es uno de los mecanismos de fallo dominante en los utillajes de conformado. Sin embargo, la caracterización mecánica de materiales bajo solicitaciones de contacto no es directa y generalmente requiere de ensayos no normalizados. En este sentido, la simplicidad experimental y el pequeño volumen de la muestra

requerido hacen del ensayo por contacto Hertziano una alternativa para simular solicitaciones mecánicas reales [2,3].

La literatura existente acerca de la fatiga por contacto sobre sistemas sustrato-recubrimiento, principalmente centrados en recubrimientos base Ti (TiN, TiCN, Ti-DLC), se limita a [4-7]: 1) identificar diferentes modos de daño en términos de deformaciones cuasi-plásticas en el sustrato y fracturas frágiles en el recubrimiento; 2) establecer un fallo adhesivo como criterio de daño para el sistema; y 3) analizar la fatiga por contacto en términos de carga, lo cual implica resultados dependientes del radio de curvatura del indentador, la carga aplicada y la rigidez del sistema.

En este orden de ideas, el presente trabajo tiene como objetivo evaluar los modos de daño inducidos por contacto esférico sobre recubrimientos de TiN depositados en aceros de herramienta para trabajo en frío, y a diferencia de los estudios realizados previamente, se concentra en analizar la influencia del sustrato en el comportamiento global del sistema a través de un análisis de fatiga por contacto en términos de presión, con el fin de discernir las diferentes respuestas mecánicas de los sistemas evaluados. Asimismo, en este estudio se considera como criterio de daño la aparición de grietas circulares.

2. PROCESO EXPERIMENTAL

Los sustratos empleados fueron aceros de herramienta para trabajo en frío, correspondientes a las calidades comerciales DIN 1.2379 y Universal, con geometrías de discos de 40 mm de diámetro y 5 mm de espesor. La dureza de cada sustrato se presenta en la tabla 1.

Tabla 1. Valores de dureza para los sustratos estudiados.

	1.2379	Universal
H [GPa]	9,2	10,4

Los recubrimientos fueron realizados mediante un equipo de evaporación por arco catódico reactivo METAPLAS MZR323. Este sistema cuenta con seis evaporadores cilíndricos que trabajan a 30V y 100 A en presencia de un campo magnético débil. Antes de ser introducidas en la cámara de tratamiento, las muestras se limpiaron en un detergente alcalino y posteriormente en un baño ultrasónico con acetona. Para la limpieza iónica se utilizó el proceso AEGD (Arc-Enhanced Glow Discharge) en un plasma de argón. En este proceso se producen iones de argón mediante arco eléctrico en un cátodo de titanio apantallado, de modo que se evita la deposición de microgotas en la muestra durante el proceso de deposición. Se utilizó nitrógeno como gas reactivo para la formación de las capas de nitruro de titanio. La temperatura de deposición se situó en torno a 400-500°C. El vacío en la cámara de tratamiento previo

a la deposición fue de 10^{-6} mbar y la presión durante la deposición se mantuvo entre 10^{-2} y 10^{-4} mbar. El espesor aproximado de las capas de TiN fue de 2µm.

2.1. Contacto bajo solicitaciones monotónicas

El protocolo de ensayo para determinar la curva tensión-deformación bajo solicitaciones monotónicas, consistió en la aplicación de cargas en un rango de 100 a 4000 N empleando una máquina INSTRON Modelo 8511 bajo las condiciones de ensayo que se especifican en la tabla 2. Con el fin de generar impresiones con diferentes radios residuales (a) se emplearon indentadores esféricos de carburo cementado con radios (r) de 0,5, 1,25 y 2,5 mm. Cabe mencionar que a medida que se aumentó la carga de contacto aplicada sobre el sistema se evidenció una transición de una respuesta elástica a una plástica. Sin embargo, en ninguno de los sistemas estudiados, ambos con buena adherencia, la deformación plástica implicó la aparición de fisuras o el desconche del recubrimiento. En general, estos dos tipos de daño se generan a mayores tensiones aplicadas, siendo la aparición de grietas circulares un evento previo al desconche en la capa depositada. Aunque ambos fenómenos se presentan claramente identificables como fallos, en este estudio se escogió la aparición de fisuras como el criterio práctico para definir la condición de fallo en los sistemas sustrato-recubrimiento estudiados.

Tabla 2. Condiciones experimentales implementadas en los ensayos bajo cargas monotónicas.

Condiciones de ensayo	
Carga inicial	50 N
Velocidad de carga	30 N/s
Tiempo de carga	20 s
Velocidad de descarga	50 N/s

2.2. Contacto bajo solicitaciones cíclicas

La respuesta mecánica bajo cargas de contacto cíclicas se evaluó sobre el mismo tipo de probetas y empleando la misma máquina de ensayos descritos en la sección anterior. Las diferencias radicaron en la aplicación de la carga, la cual se realizó cíclicamente mediante una onda sinusoidal a frecuencias de 10 Hz aproximadamente, con un indentador de dimensión constante (1,25 mm de radio) y bajo cocientes de carga mínima con respecto a la carga máxima de 0,1. El rango de ciclos osciló entre 10^3 y 10^6 ciclos. En el contexto del criterio de daño, referido anteriormente, las cargas máximas aplicadas en todos los casos fueron siempre inferiores a los valores para los cuales se observó la aparición de fisuras circulares bajo solicitaciones de contacto monotónicas.

3. RESULTADOS Y DISCUSIÓN

3.1. Curvas tensión-deformación por contacto

Se evaluó la respuesta mecánica al contacto monotónico de dos sistemas sustrato-recubrimiento: TiN-1.2379 y TiN-Universal. Asimismo, se estudió el comportamiento del sustrato 1.2379 como material de referencia (sin recubrimiento). Al aumentar la carga, las huellas generadas fueron más grandes y profundas. Usando el indentador de 0,5 mm de radio se aplica una fuerza en un área más pequeña, en comparación con las esferas de 1,25 y 2,5 mm, hecho que promovió un mayor campo de tensiones y la aparición de huella para cargas relativamente bajas. Por el contrario, se necesitaron cargas más elevadas para inducir una impresión con una esfera de 2,5 mm de radio. La bola de 1,25 mm representó un punto intermedio, lo que permitió aplicar un rango de cargas adecuado y ver gradualmente la aparición de daño dentro del material.

A partir de los datos experimentales (carga aplicada y tamaño de la huella) se determinaron los valores de presión por contacto (p_0) correspondientes a cada deformación por indentación (a/r), mediante la ecuación [8]:

$$p_0 = \frac{P}{\pi a^2} \quad (1)$$

donde P es la carga aplicada, r el radio del indentador, y a es el radio de la huella residual. Asimismo, la curva elástica se obtuvo con la expresión [9]:

$$p_0 = \left(\frac{4E'}{3\pi} \right) \left(\frac{a}{r} \right) \quad (2)$$

donde $E' = E/(1-\nu^2)$ es el módulo elástico efectivo, siendo E y ν el módulo elástico y el coeficiente de Poisson del sistema, respectivamente.

Con las mediciones de las huellas residuales, realizadas por microscopía óptica, se obtuvieron las curvas tensión-deformación aplicando la ecuación (1) y la relación (a/r) para los sistemas previamente descritos. En la figura 1, se muestra un gráfico del TiN-Universal, donde los puntos incluyen datos experimentales obtenidos para los distintos radios de curvatura de los indentadores esféricos empleados. En la parte superior de la figura 1, se esquematiza el cambio gradual en el tamaño de la huella de acuerdo al valor del radio del indentador. Asimismo, las curvas elásticas se calcularon a partir de la ecuación (2), donde los valores del módulo de Young efectivo (E') fueron obtenidos a partir de los resultados de ensayos de Ultra-Microdureza (tabla 3).

Tabla 3. Valores del módulo elástico efectivo para los sustratos y sistemas referidos.

	$E/(1-\nu^2)$ [GPa]
1.2379	273
Universal	267
TiN-1.2379	450

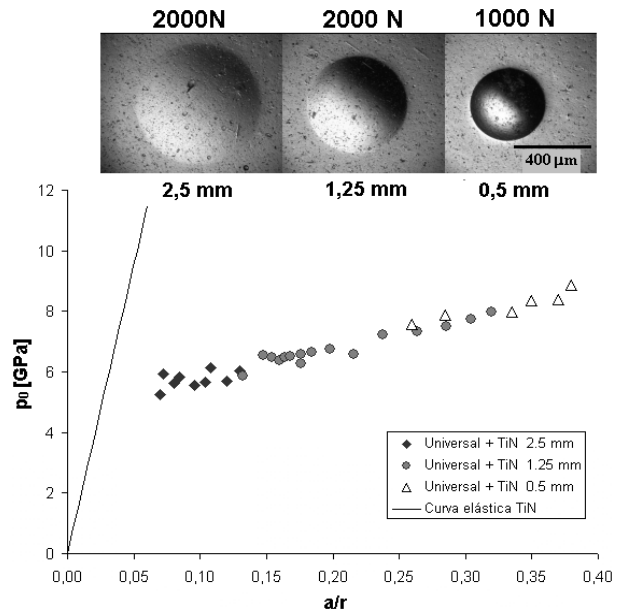


Figura 1. Curva presión-deformación para un sistema TiN-Universal, empleando indentadores esféricos con diferentes radios de curvatura, y cuyas huellas residuales se muestran en la parte superior de la imagen.

La presión límite de fluencia, (P_y), para cada sistema recubierto y el sustrato sin recubrimiento, se estimó a partir de la intersección entre la curva elástica y la potencial de mejor ajuste a los datos experimentales (figura 2 y tabla 4). En cuanto al criterio de daño, la carga crítica (P_c) para cada sistema se determinó como aquel valor donde aparecieron secciones de grietas circunferenciales en la periferia de las huellas residuales, correspondientes al indentador de radio 1,25mm (figura 3). En este contexto, la presión límite de daño (p_{0D}) se definió como la presión máxima previa a la aparición de fisuras en el recubrimiento (tabla 4).

Los resultados mostrados en la tabla 4 y la figura 2, indican que no hay diferencias sustanciales en las curvas presión-deformación obtenidas tanto para el sustrato desnudo como para los distintos sistemas recubiertos, independientemente del sustrato o recubrimiento bajo consideración. Sin embargo, sí existen cambios relevantes en referencia a la observación de daño crítico. En este contexto, la aparición de fisuras circunferenciales es un fenómeno exclusivamente observado en sistemas recubiertos, y en todos los casos, a niveles similares de presión aplicada (en torno a $1,7P_y$). Por su parte, en los sustratos desnudos sólo se evidencian microfisuras en el contexto de los carburos individuales (no circunferenciales y sin propagarse

hacia la matriz) en la periferia de la huella (figura 4), y a niveles de tensión próximos a 7 GPa.

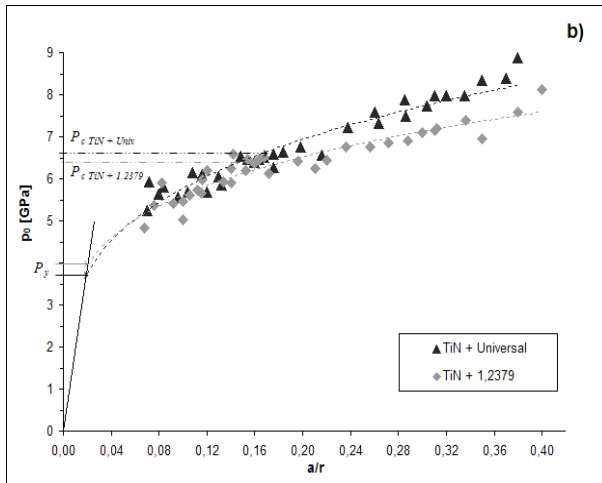
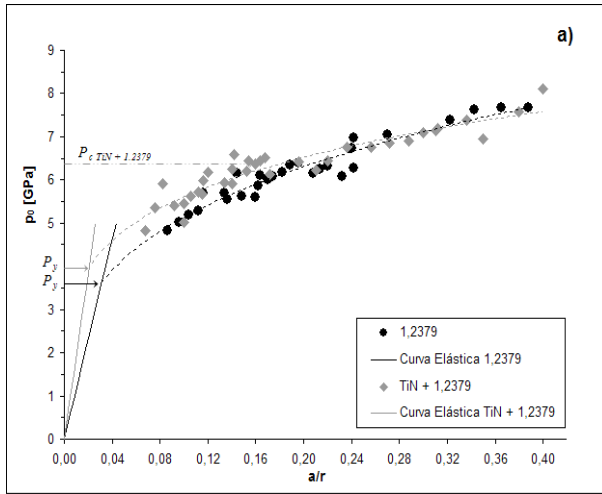


Figura 2. Comparativo de las curvas de presión – deformación para diferentes sistemas: a) TiN-1.2379 vs. 1.2379; y b) TiN-1.2379 vs. TiN-Universal.

Tabla 4. Valores estimados de carga crítica y límite monotónico.

	1.2379	TiN-1.2379	TiN - Universal
P_y [GPa]	3,6	3,9	3,7
P_c [N]	-	800	1000
p_{0D} [GPa]	-	6,5	6,3

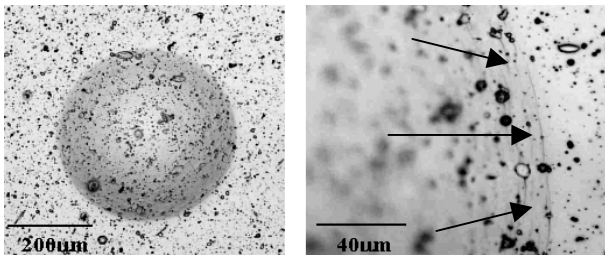


Figura 3. Grietas circulares generadas en la superficie del sistema TiN-1.2379 evaluado mediante contacto esférico (radio de indentador 1,25 mm).

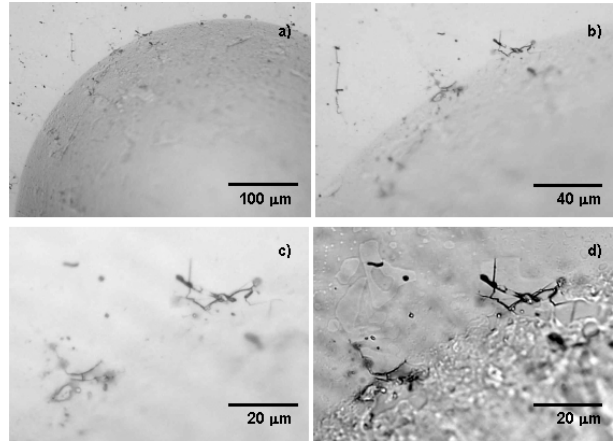


Figura 4. Microfotografías de la huella residual generada por la aplicación de una carga de 2000 N con un indentador de 2,5 mm de radio sobre la superficie del acero DIN 1.2379. Las ampliaciones de la imagen corresponden: a) 200x b) 500x; c) 1000x y d) 1000x con el diafragma de apertura para mejorar el contraste de la imagen.

3.2. Respuesta al contacto bajo solicitaciones cíclicas

El efecto de aplicar cargas variables en los sistemas sustrato-recubrimiento se evaluó partiendo de niveles cercanos e inferiores al crítico, determinado previamente mediante los ensayos de contacto esférico monotónico (tabla 4). Para ello, se realizaron ensayos con un indentador de 1,25 mm de radio, disminuyendo la carga máxima aplicada y aumentando el número de ciclos. En la figura 5a se presenta un ejemplo de la evolución del daño cuasi-plástico en el sistema TiN-1.2379. Asimismo, se hace evidente la descohesión (figura 5b) del recubrimiento para cargas superiores a 500 N y aplicadas durante un número de ciclos prolongado (10^6). En contraparte, el TiN depositado sobre el acero Universal presenta únicamente pequeños desconches (figura 5c) sin evidencia visual del sustrato (fallo cohesivo) en un rango de cargas entre 550-700 N. Es importante mencionar que mediante una observación minuciosa del daño generado en cada uno de los ensayos de fatiga se pudo definir una condición de “fallo/no fallo” en términos de la existencia o no de grietas circunferenciales. Cabe remarcar que en ambos sistemas, este tipo de daño se evidencia siempre para niveles de carga y/o número de ciclos inferiores a aquellos donde se observan otros mecanismos de daño tales como fallos cohesivos o adhesivos del recubrimiento. Estos resultados concuerdan con los encontrados por Stoiber y colaboradores en el estudio de fatiga por contacto sobre un recubrimiento de TiN depositado en un sustrato de acero 1.2379 [7]. Por lo tanto en este estudio, el valor que acota la vida a fatiga para unas condiciones de carga cíclica aplicada es el criterio de aparición de grietas circunferenciales (P_{c_fatiga}).

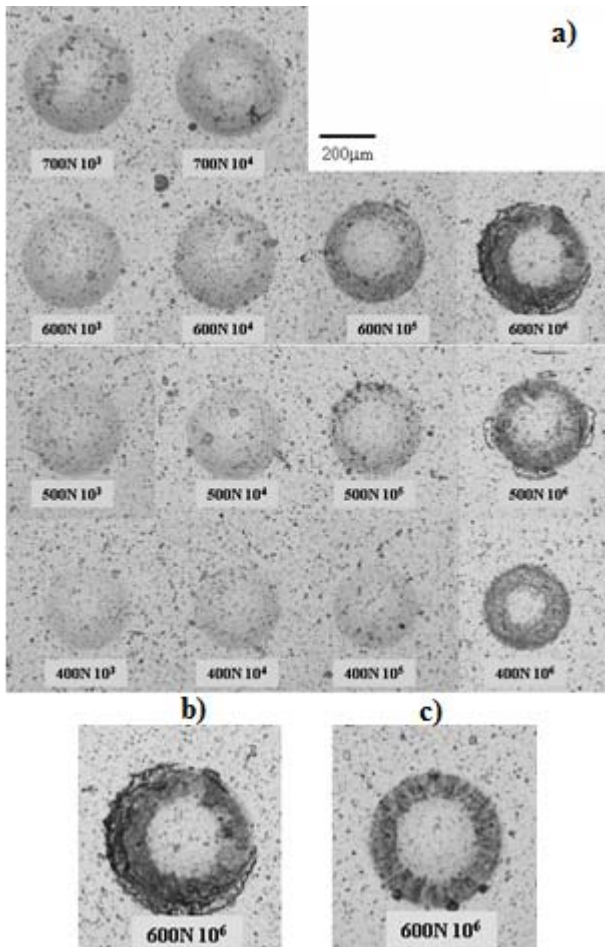


Figura 5. Secuencia del daño en el sistema TiN-1.2379.

En las curvas carga - número de ciclos (P-N) de la figura 6 se muestran la aparición de grietas circulares, fallos cohesivos y descohesivos en los sistemas estudiados. La fisuración se produce por fatiga a cargas inferiores a las evaluadas bajo solicitaciones monotónicas. Además, las grietas circunferenciales aparecen después de un mayor número de ciclos al disminuir la carga aplicada. Bajo estas consideraciones, el efecto de la fatiga en ambos sistemas evaluados es evidente.

Una parte fundamental de este trabajo es analizar la fatiga por contacto en términos de presiones con el fin de discriminar las respuestas mecánicas diferentes entre los sistemas TiN-1.2379 y TiN-Universal. Consecuentemente, se estimó la máxima presión (p_0) asociada a cada huella producida para los valores de carga y número de ciclos evaluados (figura 6). Ésta se obtiene a través de la medición de las huellas resultantes del contacto cíclico sobre los sistemas sustrato-recubrimiento, y con los datos se calcula p_0 para un valor dado de P y N, el cual se determina como el promedio entre las tensiones para un N dado y el valor para un N previo (en escala logarítmica). Posteriormente, se generó un gráfico de p_0 -N (figura 7) donde se observa una tendencia general de relación inversa entre ambos parámetros; es decir, a medida que disminuye la presión, se incrementa el número de ciclos

para la aparición de daño. En general, se evidencia un comportamiento más plano en la variación de las presiones del sistema TiN-Universal que para el TiN-1.2379. Cabe mencionar que para cargas inferiores a 600 N y cicladas en un rango de 10^5 a 10^6 , la evolución de las presiones no se ajusta completamente al comportamiento esperado, hecho que se atribuye a errores experimentales adscritos a la medición de las huellas debido a que el contorno de las mismas se ve afectado por los fallos cohesivos y descohesivos propios de cada sistema sustrato-recubrimiento.

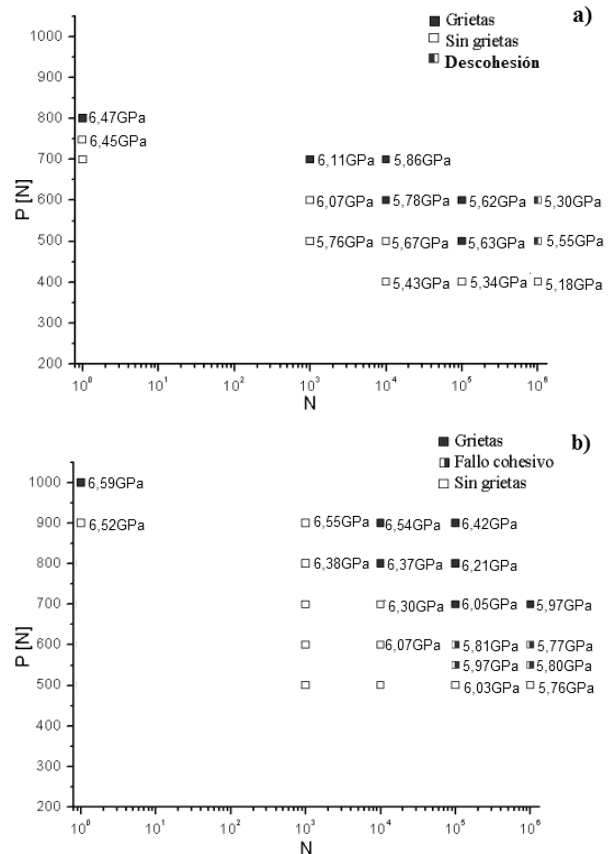


Figura 6. Aparición de daño bajo cargas cíclicas: (a) TiN-1.2379, (b) TiN-Universal

En este trabajo, el límite a fatiga (p_{0F}) se definió como la presión máxima donde no se presenta daño, entendido como la ausencia de grietas circulares hasta 10^6 ciclos. Asimismo, el cociente entre el límite a fatiga y el límite monotónico se estableció como un parámetro de evaluación de la sensibilidad a fatiga de los sistemas estudiados. Los resultados de p_{0F} / p_{0D} (tabla 5) son valores cercanos a la unidad, los cuales indican una sensibilidad relativamente baja, al menos en términos de presión, a la aplicación de cargas variables en ambos sustratos recubiertos. Una posible razón para estos resultados podría asociarse a que el daño crítico ha sido definido en términos de la figuración del recubrimiento, el cual es de carácter cerámico. Sin embargo, un análisis detallado de los resultados indica que no se debe despreciar el papel del sustrato, ya que el acero

Universal recubierto con TiN mostró una mejor respuesta mecánica a la fatiga por contacto, la cual no se puede atribuir únicamente a la mayor dureza del sustrato (tabla 1), pues el comportamiento entre los sistemas evaluados bajo solicitaciones monotónicas es muy semejante, tal como se mostró en la figura 2b.

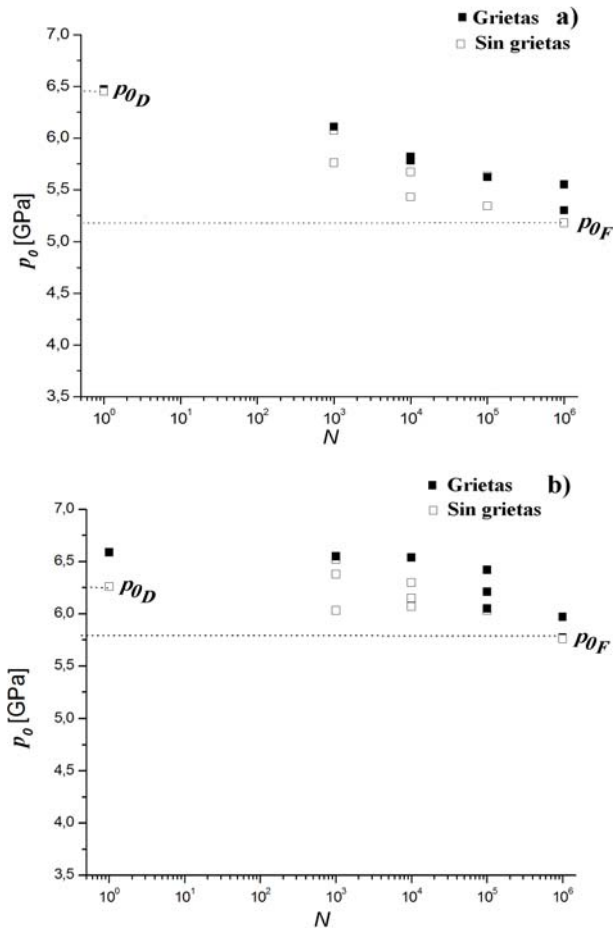


Figura 7. Curvas p_0 - N . Aparición de daño bajo cargas cíclicas: a) TiN-1.2379; b) TiN-Universal

Tabla 5. Valores estimados de carga crítica, límite fatiga y sensibilidad a la fatiga.

	TiN-1.2379	TiN –Universal
$P_{c-fatiga}$ [N]	400	500
p_{0F} [GPa]	5,2	5,8
p_{0F}/p_{0D}	0,8	0,9

4. CONCLUSIONES

La respuesta mecánica al contacto, obtenida mediante indentación esférica bajo solicitación monotónica, es muy similar para todos los sistemas sustrato-recubrimiento estudiados. En consecuencia se puede concluir que la presencia del recubrimiento no afecta la respuesta al contacto del sustrato como ente individual.

En el rango de tensiones de contacto estudiado, la aparición de fisuras circulares como criterio de daño es un fenómeno exclusivo de los sistemas recubiertos

evaluados. En estos casos, la observación de este tipo de daño requiere la aplicación de esfuerzos mayores a la presión límite de fluencia; es decir, la deformación plástica del sistema parece ser un paso previo y necesario para la posterior fisuración de la capa depositada.

Es evidente que existen problemas asociados a la fatiga por contacto en los aceros 1.2379 y Universal recubiertos con TiN, fenómeno que es más palpable en términos de carga que de presión. Sin embargo, este último criterio permite un análisis donde es posible discernir las diferentes respuestas mecánicas en los sistemas sustrato-recubrimiento.

Finalmente, bajo el criterio de presión se estimó que la sensibilidad a fatiga es relativamente baja para los sistemas estudiados, lo cual puede estar adscrito al carácter cerámico del recubrimiento TiN. No obstante, uno de los aceros mostró mejor respuesta mecánica aún cuando el recubrimiento fue el mismo, por lo que en futuros estudios se debe profundizar en el papel del sustrato en el rendimiento de sistemas recubiertos bajo solicitaciones de contacto.

AGRADECIMIENTOS

Este trabajo es parte de las actividades realizadas por los autores en el proyecto Forma0, financiado por CDTI en el programa CENIT. Los autores agradecen el trabajo y apoyo de los miembros del proyecto liderado por SEAT y la empresa TTC líder de la actividad BII. Asimismo, uno de los autores (G. Ramírez) agradece al Consejo Nacional de Ciencia y Tecnología de México por la colaboración a través de la beca de doctorado No. 191451.

REFERENCIAS

- [1] Hougmark S., Jacobson S., Larsson M. *Wear.*, **246**, 20-33, 2000.
- [2] Miranda P., Pajares A., Guiberteau F., Deng Y., Lawn B. R., *Acta Mater.*, **51**, 4347-56, 2003.
- [3] Lee K. S., Lee S. K., Lawn B. R., *J. Am. Ceram. Soc.*, **81**, 2394-404, 1998.
- [4] Bantle R., Matthews A., *Surf. Coat. Tech.*, **74-75**, 857-868, 1995.
- [5] Lugscheider E., Knotek O., Wolff C., Bärwulf S., *Surf. Coat. Tech.* **116-119**, 141-146, 1999.
- [6] Bouzakis K.D., Vidakis N., David K., *Thin Solid Films* **355-356**, 322-329, 1999.
- [7] Stoiber M., Panzenbock M., Mitterer C., Lugmair C., *Surf. Coat. Tech.* **142-144**, 117-124, 2001.
- [8] Johnson K.L., *Contact Mechanics*, Cambridge University Press. London, UK. 1985.
- [9] Jung Y. -G., Wuttiaphan S., Peterson I. M., Lawn B. R., *J. Dent. Res.*, **78**, 887-97, 1999.
- [10] E. Tarrés, F. Montalan, Y. Gallard, L. Llanes. *Anales de la Mecánica de Fractura*. 1, 175-180, 2007.

COMPORTAMIENTO MECÁNICO DE ALEACIONES NOVELES DE W PRODUCIDAS POR HIP

M.V. Aguirre¹, A. Martín², J.Y. Pastor², J. LLorca^{2,3}, M.A. Monge⁴, y R. Pareja⁴

¹ Departamento de Tecnologías Especiales Aplicadas a la Aeronáutica, Universidad Politécnica de Madrid
EUIT Aeronáutica, 28040-Madrid
E-mail: mariavega.aguirre@upm.es

² Departamento de Ciencia de Materiales, Universidad Politécnica de Madrid
ETSI de Caminos, Canales y Puertos C/ Profesor Aranguren s/n, 28040-Madrid

³ IMDEA-Materiales
ETSI de Caminos, Canales y Puertos C/ Profesor Aranguren s/n, 28040-Madrid

⁴ Departamento de Física, Universidad Carlos III de Madrid
Avenida de la Universidad 30, 28911-Leganés (Madrid)

RESUMEN

En esta investigación se compara el comportamiento mecánico del wolframio puro frente al de dos de sus aleaciones, wolframio con un 0.5 % wt de Y_2O_3 y wolframio con un 4 % wt de Ti; todos ellos obtenidos mediante metalurgia de polvos. El límite elástico, la tenacidad de fractura y el módulo de elasticidad se ha determinado mediante ensayos de flexión en tres puntos en aire, siendo el intervalo de temperaturas de estudio entre 25 y 1000 °C. Los resultados obtenidos han mostrado que la resistencia mecánica y la tenacidad del W mejoran sustancialmente con la adición de Ti. Por otro lado, la adición de pequeñas cantidades de Y_2O_3 mejora notablemente el comportamiento frente a la oxidación a alta temperatura, lo que hace que estas aleaciones presenten el mejor comportamiento a 1000 °C de todos los materiales analizados.

Palabras clave: aleaciones de W, propiedades mecánicas, comportamiento a alta temperatura, HIP.

ABSTRACT

In this research the mechanical behaviour of the pure W and two of its alloys containing 0.5 wt % Y_2O_3 and 4wt % Ti, obtained by powder metallurgy, is compared. The yield strength, fracture toughness and elastic modulus have been determined by means of three points bending tests in air, being the study temperatures interval from 25 °C up 1000 °C. The results have shown that the addition of Ti improves substantially the yield strength and toughness of the pure W. However the addition of small amounts of Y_2O_3 , which improves noticeably the oxidation behaviour at the higher temperatures, makes these alloys exhibit a better performance at 1000 °C.

1. INTRODUCCIÓN

El wolframio es uno de los materiales candidatos para la fabricación de componentes en contacto con el plasma (PFCs) en el futuro reactor internacional de fusión (ITER). Esto es debido a sus características como material refractario, baja retención de tritio y bajo desgaste por proyección [1, 2]. No obstante, los materiales candidatos vayan a ser empleados en los PFCs requieren además unas buenas propiedades mecánicas a alta temperatura y una baja oxidación en atmósfera ambiente.

Por otro lado, el wolframio puede mejorar sustancialmente su resistencia mecánica y tenacidad a alta temperatura, y su comportamiento en fluencia mediante el reforzamiento por solución sólida y/o por dispersión.

En el caso del W el sinterizado es un método adecuado para obtener soluciones sólidas y dispersión de partículas, siempre y cuando la temperatura de

recristalización sea lo suficientemente alta y se pueda limitar el crecimiento de grano durante el sinterizado.

El principal propósito del presente trabajo es comparar el comportamiento mecánico del W puro con el de aleaciones de W producidas por sinterizado en fase líquida usando Ti, y nanopartículas de Y_2O_3 como dispersoides de reforzamiento.

Se han estudiado las propiedades mecánicas (límite elástico, tenacidad a fractura y módulo elástico en función de la temperatura) en atmósfera oxidante mediante probetas de flexión en tres puntos. Finalmente, han sido examinadas las superficies de rotura para determinar el modo de fractura, y analizar la dependencia de las propiedades mecánicas con los mecanismos de fallo involucrados, la temperatura, la dispersión de Y_2O_3 y el contenido de Ti.

2. MATERIALES Y TÉCNICAS EXPERIMENTALES

2.1. Materiales

En este trabajo se han utilizado tres materiales: W puro y dos aleaciones de W, una con el 4 wt % Ti y otra con 0.5 wt % Y_2O_3 . Todos los materiales fueron obtenidos mediante pulvimetalurgia, tal y como describen Monge *et al.* [3].

El material de partida se suministró en forma de lingotes de 30 mm de diámetro y 50 mm de longitud nominales. A partir de estos bloques se obtuvieron, mediante mecanizado por electroerosión, probetas prismáticas con dimensiones nominales $2 \times 2 \times 25$ mm³, con sus ejes principales paralelos al eje axial del cilindro de partida. Previamente a los ensayos mecánicos, todas las probetas se recoció durante una hora en vacío de 2×10^{-4} Pa, con el fin de relajar las tensiones residuales que se pudieran haber introducido durante el proceso de corte.

2.2. Técnicas experimentales

Se realizaron medidas de dureza Vickers, H_V , aplicando dos cargas diferentes, 9.8 N y 98 N, durante 12 s, con el fin de corroborar que el resultado es independiente de la carga aplicada. La densidad, ρ , se midió por el método de inmersión de Arquímedes en alcohol etílico de alta pureza.

Los ensayos de flexión para determinar el límite elástico en materiales con comportamiento plástico y la resistencia a flexión en los materiales que presentan comportamiento frágil, de tenacidad a fractura (SENB) y módulo de elasticidad se realizaron en atmósfera oxidante, desde temperatura ambiente hasta 1000 °C. Para ello se utilizó una máquina universal de ensayos servohidráulica Instron 8501. Dentro de su marco se colocó un horno de mufla con resistencias de carburo de

silicio, en el cual se instalaron dos termopares dispuestos cerca de los extremos de las probetas, con el fin de registrar su temperatura y controlar la homogeneidad del calentamiento en los ensayos a alta temperatura. Ya que la masa térmica del horno es mucho más alta que la de la probeta, no se apreciaron notables gradientes de temperatura.

Para medir el desplazamiento del actuador durante los ensayos, se situó un extensómetro LVDT (± 1 μ m de resolución) fuera del horno. Para cada temperatura y material se ensayaron de tres a cinco probetas.

El módulo elástico a temperatura ambiente, E_0 , se midió en las muestras paralelepípedicas, mediante el método de vibración por excitación de impulso en flexión [4], con un equipo GrindoSonic. En las mismas probetas se midió la evolución del módulo de elasticidad, E , con la temperatura. Esto se llevó a cabo midiendo el desplazamiento del punto de carga de las muestras, ensayadas a flexión en tres puntos con una luz entre apoyos de 20 mm. Los ensayos fueron realizados en control de velocidad de desplazamiento a 200 μ m/min, y el desplazamiento bajo el punto de carga se midió mediante un extensómetro láser sin contacto de alta resolución (± 100 nm). En todos estos ensayos la velocidad de calentamiento hasta la temperatura de consigna fue de 10 °C/min, más 30 minutos de estabilización térmica antes de cada ensayo. Se efectuaron tres ciclos de carga y descarga cada 200 °C en cada probeta, comprobando que el material siempre se encontraba en la región elástica lineal y muy por debajo de la resistencia máxima. Finalmente, en cada muestra se determinó la evolución del módulo de elasticidad con la temperatura a partir del cambio en la pendiente de las curvas fuerza-desplazamiento.

Los ensayos flexión y tenacidad a fractura se llevaron a cabo con una velocidad de desplazamiento de cruceta de 100 μ m/min, una velocidad de calentamiento de 50 °C/min y 30 min para estabilización a la temperatura e consigna. La distancia entre apoyos fue de 16 mm en los ensayos de resistencia a flexión y 12 mm para los de tenacidad a fractura. Para estos últimos ensayos, se prepararon probetas entalladas (SENB). Las entallas, con una profundidad de unas 400 μ m y radio de fondo de entalla de unas 150 μ m, se mecanizaron mediante un disco de diamante. La longitud de las entallas se midió mediante un proyector de perfiles digital con 1 μ m de resolución.

La límite elástico, σ_f , se calculó a partir de la expresión de Bernoulli [5] para una viga en flexión con una deformación del 0,2 % en la superficie de la probeta sometida a tracción; mientras la tenacidad a fractura, K_{IC} , se calculó a partir de la carga máxima y la longitud inicial de la entalla utilizando la expresión general del factor de intensidad de tensiones propuesto por Guinea *et al.* [6].

Las superficies de fractura de las muestras ensayadas se examinaron mediante microscopía electrónica de barrido (SEM) utilizando un JEOL JSM 6300 equipado con electrones secundarios (SE), detectores de electrones retrodispersados (BSE) y análisis de dispersión de rayos X (EDX).

3. RESULTADOS Y DISCUSIÓN

3.1. Módulo de elasticidad y dureza

La Tabla 1 muestra el efecto de la adición de Ti y de Y_2O_3 en la dureza Vickers, H_V , y en el módulo de elasticidad a temperatura ambiente. También se muestra la densidad ρ empleada para el cálculo del módulo de elasticidad en cada uno de los materiales estudiados.

Como era de esperar, no se encontró una influencia significativa del contenido de Ti o Y_2O_3 en el módulo de elasticidad. Por otro lado, la adición de Ti al W mejora sustancialmente la dureza Vickers, mientras que la adición de Y_2O_3 la reduce ligeramente, probablemente debido a la formación de fases de óxido de Ti-Y como se sugiere por Monge *et al.* [3]. También se detectó una leve dependencia con la carga, principalmente para la aleación W-Ti.

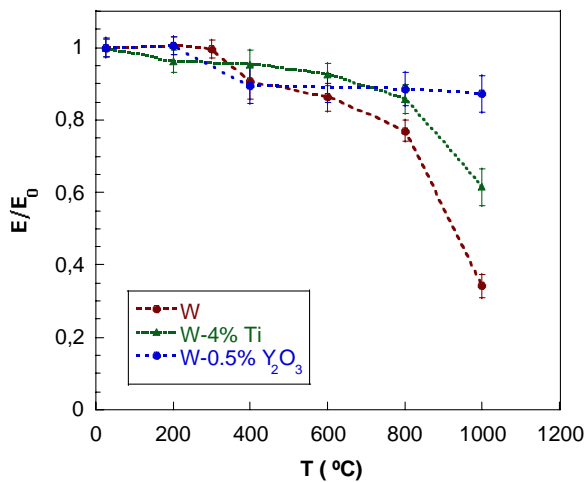


Figura 1. Evolución del módulo de elasticidad, E , con la temperatura. E_0 es el módulo de elasticidad a temperatura ambiente para cada material.

La evolución del módulo de elasticidad con la temperatura se muestra en la Figura 1. Parece claro que el W y el W+0.5% Y_2O_3 tienen una evolución similar hasta los 400 °C; el módulo de elasticidad se mantiene casi constante hasta los 300 °C. Por encima de esta temperatura el módulo de elasticidad se degrada fuertemente para el W, mientras que la aleación con Y_2O_3 se mantiene casi constante. En contraste, para la aleación de W-Ti el módulo de elasticidad disminuye suavemente entre 25 y 800 °C, produciéndose una fuerte degradación a partir de 800 °C, de forma similar a como ocurre con el W.

3.2. Tenacidad a fractura

Los resultados de tenacidad a fractura para las aleaciones de W sinterizadas, y su evolución con la temperatura, se muestran en la Figura 2. Sombreados aparecen los valores que se han obtenido con apreciable deformación plástica a carga máxima, y que por tanto se deben tomar simplemente como un valor de referencia y no como una propiedad del material. Puede verse que el W y la aleación W- Y_2O_3 presentan un comportamiento similar hasta 400 °C, aumentando la tenacidad con la temperatura, siendo este incremento más pronunciado en la aleación W- Y_2O_3 . Posteriormente el valor alcanzado se mantiene hasta 600 °C. En contraste, para la aleación W-Ti se aprecia que en el intervalo de 400 a 600 °C la tenacidad a fractura no se mantiene sino que se incrementa. Es de destacar el incremento de tenacidad de la aleación W-Ti a temperatura ambiente (casi el doble) respecto a la del W de referencia. Por encima de los 600 °C, la degradación térmica que sufren los materiales (la oxidación empieza a ser muy pronunciada en el W y W-Ti) hace que se produzca una reducción paulatina de la tenacidad aparente, que es más intensa en la aleación W-Ti, ya que es el único material que mantiene un comportamiento frágil hasta 1000 °C.

No obstante, al igual que sucede con el módulo de elasticidad (Figura 1), la aleación W- Y_2O_3 presenta el mejor comportamiento a muy alta temperatura, con apenas degradación de la tenacidad aparente por encima de los 800 °C. Esto se debe al hecho de que la presencia de la Y_2O_3 dificulta la oxidación y degradación de esta aleación a alta temperatura, mientras que es muy intensa para el W y la aleación de W-Ti, como se observa en la Figura 3.

Material	H_V (9.8N) (GPa)	H_V (98N) (GPa)	ρ (g/cm ³)	E_0 (GPa)
W	2.58±0.03	2.67±0.04	17.65±0.01	338±4
W+4Ti	4.19±0.03	4.47±0.03	16.94±0.03	327±6
W+0.5Y ₂ O ₃	2.23±0.05	2.34±0.01	16.87±0.01	341±6

Tabla 1. Microdurez Vickers, densidad y módulo de elasticidad a temperatura ambiente.

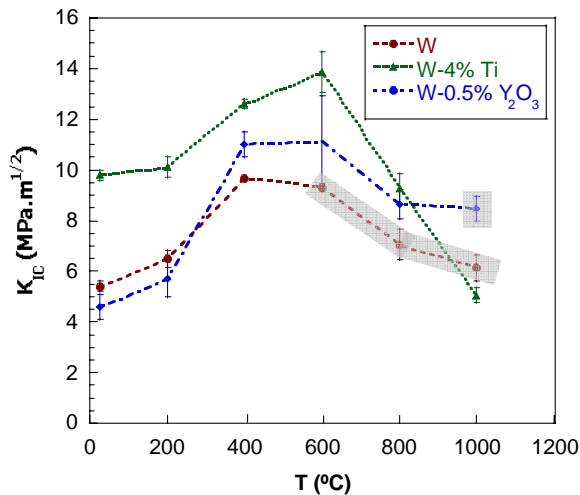


Figura 2. Evolución de la tenacidad a fractura, K_{IC} , con la temperatura para cada material. Sombreados aparecen los resultados que de tenacidad aparente que se han obtenido con apreciable deformación plástica a carga máxima, y que por tanto se deben tomar simplemente como un valor referencial y no como tenacidad intrínseca del material.

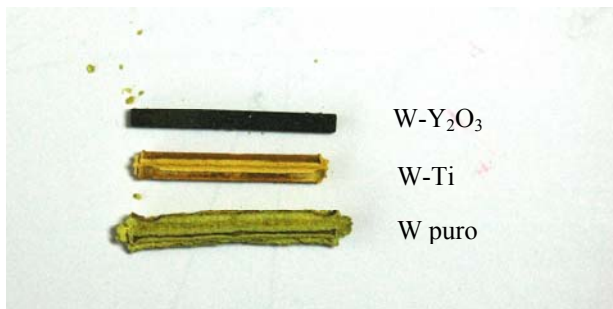


Figura 3. Imagen de las probetas oxidadas, de los distintos materiales, después del 40 min a 1000 °C

3.3. Límite elástico

La Figura 4 muestra los resultados de la límite elástico (para los materiales de comportamiento plástico, mientras que para los materiales con comportamiento frágil se muestra la resistencia a rotura en flexión) de las aleaciones de W, y su evolución con la temperatura. La tendencia de los resultados es consistente con los obtenidos para la tenacidad a fractura; un incremento en la resistencia a flexión a temperatura cercana a la de transición dúctil-frágil, y la posterior degradación del material debido a la oxidación del material. En esta figura es llamativo el incremento o mantenimiento del límite elástico de sendas aleaciones hasta 600 °C, mientras que para el W puro la degradación comienza a los 200 °C.

Por otro lado, hasta 600 °C la aleación de W-Ti alcanza sistemáticamente valores del límite elástico del orden de

un 33 % más altos que la W-Y₂O₃, siendo ésta última la que presenta la menor resistencia mecánica a temperatura ambiente.

Teniendo en cuenta esta menor resistencia de partida, podemos observar un comportamiento casi paralelo de las dos aleaciones hasta los 600 °C, pero a temperaturas superiores a 800 °C queda de manifiesto el mejor comportamiento de la aleación con Y₂O₃, debido a una oxidación superficial muy imitada.

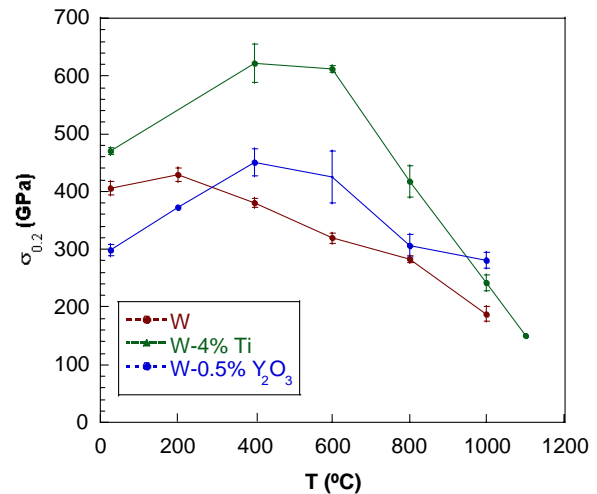


Figura 4. Evolución del límite elástico al 0,2% , $\sigma_{0.2}$, con la temperatura para los materiales analizados. En los materiales con comportamiento frágil se ha utilizado la resistencia a rotura en flexión.

Tras el análisis de las superficies de fractura mediante microscopía electrónica de barrido, se observó que la aleación con Y₂O₃ presenta una apreciable cantidad de poros en los bordes de partículas de W. Estos defectos intrínsecos al procesado, y la presencia de las algunas partículas, producen mayor concentración de tensiones que explica su baja resistencia a temperatura ambiente. Sin embargo, el tamaño de partículas se aprecia más fino y homogéneo que en el W puro. Esto y el efecto de la itria en la inhibición de la oxidación explican su mejor comportamiento a elevada temperatura.

A nivel microestructural la fractura del W y la de aleación W-Y₂O₃ se produce principalmente por rotura intergranular (Figura 5 (a) y (c)) por descohesión de borde de grano, con poca aparición de roturas por clivaje, que se van reduciendo según aumenta la temperatura, hasta ser prácticamente inexistentes a 400 °C.

La aleación W-Ti por el contrario presenta, además de la rotura intergranular por descohesión de bordes de partícula, rotura por clivaje en gran cantidad, sobre todo para los granos de mayor tamaño (Figura 5 (b)). El incremento de la tenacidad a fractura y la resistencia a flexión a temperatura ambiente para el W-Ti se puede explicar por la mayor proporción de roturas

transgranulares que en los otros materiales. Al aumentar la temperatura la proporción de roturas transgranulares en W-Ti parece reducirse, sin embargo sigue estando presente en todos los casos. No obstante, conforme aumenta la temperatura la capa de óxido formada sobre las superficies de yactura no permite una observación clara de las mismas.

4. CONCLUSIONES

Existe un cambio bastante marcado de la tenacidad con la temperatura a 200 °C. Este cambio lo exhiben muchos materiales y viene definido por la temperatura de transición dúctil-frágil, que tiene su origen en un cambio en los micromecanismos de rotura. La pérdida de tenacidad, a mayores temperaturas, está relacionada con el avanzado proceso de degradación térmica del material.

Las principales conclusiones de este trabajo aparecen recogidas a continuación::

- i. La tenacidad a fractura, límite elástico y dureza pueden mejorarse significativamente con la adición de Ti. Este cambio está asociado con el modo de fractura microestructural, fractura mayoritariamente intergranular para el W y la aleación de W-Y₂O₃ y presencia significativa de la transgranular para la aleación de W-Ti.
- ii. La transición dúctil-frágil no se modifica por la adición de Y₂O₃ (manteniéndose alrededor de 200 °C), mientras que desaparece para la aleación W-Ti, ya que mantiene su comportamiento frágil macroscópico incluso por encima de los 1000 °C
- iii. La adición de W-Y₂O₃ limita enormemente la oxidación y por tanto su degradación a alta temperatura. Así se encuentra que el mejor comportamiento mecánico a 1000 °C se obtiene para esta aleación.

AGRADECIMIENTOS

Este trabajo ha sido financiado por: Dirección General de Investigación (Ministerio de Educación y Ciencia de España) en virtud de los proyectos MAT2004-1819, MAT2006-13005-C03-02 y MAT2007-29278-E, la Dirección General de Universidades (Comunidad de Madrid) a través del programa ESTRUMAT-CM (convenio S-0505/MAT/0077) y la Asociación EURATOM-CIEMAT a través del contrato 07/2006 (referencia TW6-TTMA-001-EFDA y TW6-TTMA-002-EFDA)..

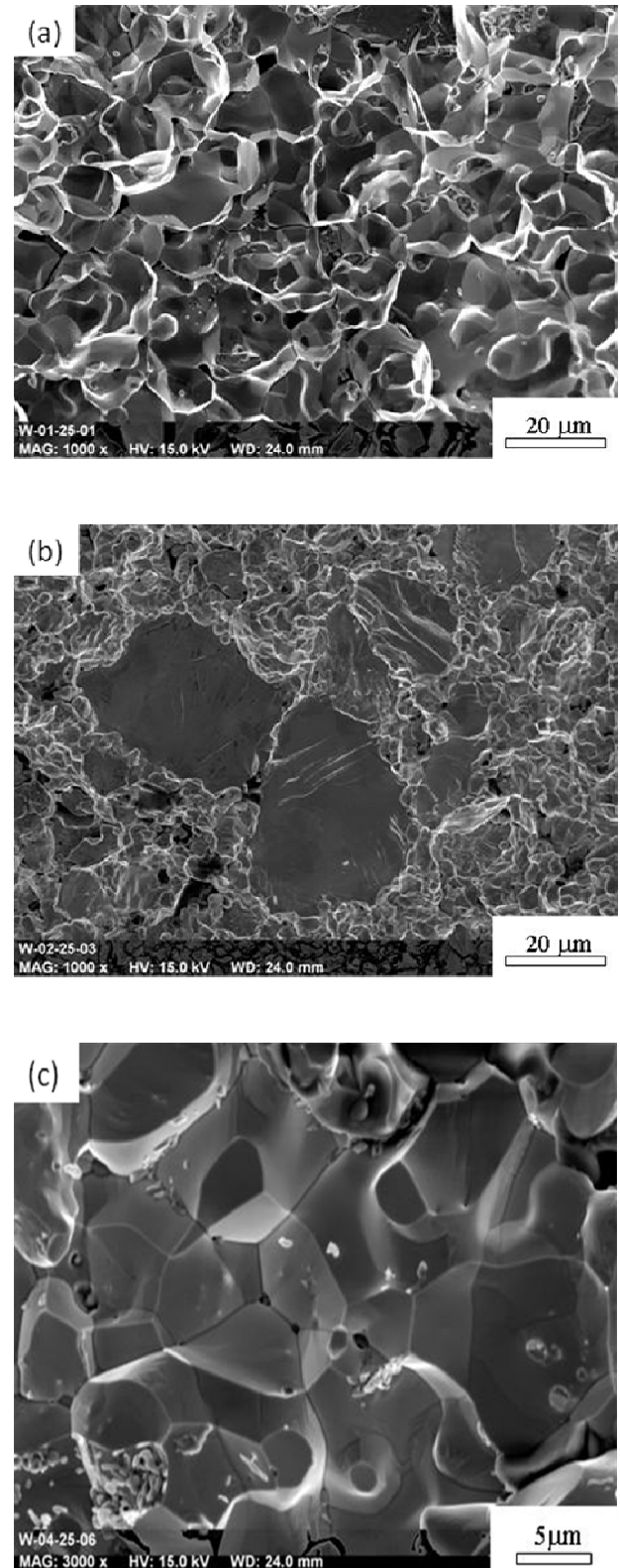


Figura 5. Superficies de fractura de las probetas de resistencia a flexión ensayadas a temperatura ambiente. a) W puro; b) aleación W-4%Ti; c) aleación W-0.5% Y₂O₃

REFERENCIAS

-
- [1] P. Norajitra, L. V. Boccaccini, E. Diegele, V. Filatov, A. Gervash, R. Giniyatulin, S. Gordeev, V. Heinzl, G. Janeschitz, J. Konys, W. Graus, R. Kruesmann, S. Madang, I. Mazul, A. Moeslang, C. Petersen, G. Reimann, M. Rieth, G. Rizzi, M. Rummyantsev, R. Ruprecht and V. Slobodtchouk, J. Nucl. Mat. 329-333 (2004) 1594-1598.
- [2] G. A. Cottrell Mat Sci, Tech. 22 (2006) 869-880.
- [3] M. A. Monge, M. A. Augel, T. Leguey, Y. Ortega, L. Bolzoni, E. Gordo and R. Pareja, J. Nucl. Mat., under submission.
- [4] Standard test method for dynamic Young's modulus, shear modulus, and poisson's ratio for advanced ceramics by impulse excitation of vibration. ASTM C 1259-98. Annual Book of ASTM Standards, American Society for Testing and Materials, West Conshohocken, Pennsylvania, 15.01, 386-400 (1999).
- [5] Timoshenko S.P., Strength of Materials ,” 3d ed., part II , pag.169, D. Van. Nostrand Company, Inc., Princeton, New Jersey, 1956
- [6] G. Guinea, J.Y. Pastor, J. Planas and M. Elices, Int. J. Fracture, 89,103-116, 1998.

INFLUENCIA DE LA ORIENTACION EN EL COMPORTAMIENTO A FATIGA Y FRACTURA DE ACEROS PERLITICOS PARA CARRIL

M.Palacios¹, S. Rivera¹, F.J.Belzunce² y R.Lezcano¹

¹ Fundación ITMA (Centro Tecnológico del Acero y Materiales Metálicos),
Parque Empresarial del Principado de Asturias (PEPA), Calafates, S/N, parcela L-3.4,
33400 Avilés, Asturias.
E-mail: m.palacios@itma.es, s.rivera@itma.es, r.lezcano@itma.es

² Departamento de Ciencia de los Materiales e Ingeniería Metalúrgica. Universidad de Oviedo.
Campus universitario
33203 Gijón, Asturias
E-mail: belzunce@uniovi.es

RESUMEN

El fuerte incremento que está registrando la instalación de trenes de alta velocidad en el curso de los últimos años ha impulsado la fabricación de nuevos carriles con propiedades mecánicas mejoradas, capaces de soportar las superiores acciones de servicio, disminuir las operaciones de reposición y mantenimiento y alargar su vida útil.

Este trabajo ha sido realizado sobrecarriles de acero microaleados perlíticos con una dureza superior a la del carril perlítico convencional, con objeto de determinar el efecto de la orientación de las grietas en su comportamiento a fatiga y fractura. Para ello se han determinado los valores umbrales de crecimiento de grietas por fatiga, los parámetros que definen la ley de Paris y la tenacidad a la fractura, en la dirección transversal y longitudinal de la cabeza del carril y los resultados obtenidos se relacionaron con la orientación microestructural, producto del proceso de laminación en caliente que sufre el carril en el curso de su proceso de fabricación.

ABSTRACT

The increasing demand on the use of high-speed trains has caused in the course of the last years the development of new railroads with enhanced mechanical properties; long-term duration and higher capability to withstand very important loads. The aim of this paper is to evaluate the influence of crack orientation on the fatigue and fracture properties of a high hardness fully pearlitic microalloyed rails.

Fracture toughness tests, threshold values of the fatigue crack growth and fatigue Paris Law constants have been determined in both longitudinal and transversal crack growth planes on specimens extracted from the head of the rails. The obtained results were compared with the microstructural orientation observed in both planes, which is produced during the hot rolling phase used to shape these products..

PALABRAS CLAVE: Fatiga, Fractura, Carril, Aceros perlíticos.

1. INTRODUCCIÓN

El análisis de la integridad estructural de los carriles tiene por objeto prevenir su fallo en servicio, por lo que está estrechamente ligado primero a la seguridad de la industria ferroviaria y luego a sus costes. Un estudio realizado entre 1991 y 1997 en EEUU sobre accidentes ferroviarios reveló que problemas ligados a la integridad de los carriles fueron la causa del 30% de los daños constatados en ese periodo [1].

Se pone así de manifiesto la importancia de realizar investigaciones en este contexto, con objeto de reducir los fallos en servicio y los riesgos asociados de descarrilamiento de los trenes así como reducir los costes asociados a estos servicios, a partir de un mejor conocimiento del comportamiento mecánico de los

materiales que constituyen los carriles y de la definición de unas prácticas de mantenimiento más fiables.

Además, la tendencia durante estos últimos años es la de aumentar la densidad del tráfico ferroviario y también la carga sobre los ejes de los vagones, por lo que los citados problemas tienen cada vez una mayor importancia. Los fallos de los carriles durante su servicio ocurren normalmente en virtud de la nucleación y crecimiento de diferentes defectos bajo las cargas de servicio. De este modo, la integridad estructural de los carriles debe hoy día analizarse desde una filosofía de diseño de tolerancia al daño, asumiendo que en el curso de su servicio pueden formarse grietas y éstas deben poder ser detectadas antes de que alcancen su tamaño crítico mediante la planificación de programas de inspección apropiados.

2. CARGAS Y GRIETAS GENERADAS EN SERVICIO

Un carril en servicio funciona como una viga en I apoyada en las traviesas, siendo los esfuerzos directos más importantes las cargas verticales correspondientes al peso de los vagones de los trenes, que se transmiten al carril a través de las ruedas de aquellos (mayoradas al ser esfuerzos dinámicos). Bajo estos esfuerzos los carriles trabajan fundamentalmente a flexión y su capacidad resistente dependerá de su momento resistente y de la distancia entre apoyos (véase figura 1).

De cualquier manera bajo este tipo de acciones, las cargas principales actúan sobre la sección transversal del carril y las roturas ocurrirían a lo largo de esta sección, lo que se ha comprobado que es la situación más habitual en la mayoría de los análisis realizados. Se ha constatado igualmente que la mayor parte de las grietas reales en los carriles aparecen en su cabeza cunado en esta región los esfuerzos de flexión producen cargas de compresión.

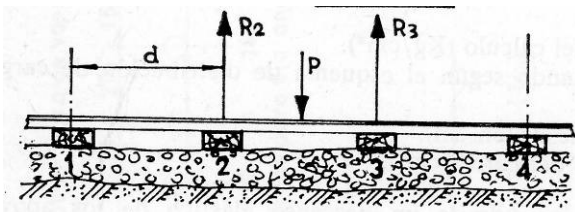


Figura 1. Acciones principales (verticales) durante el servicio del carril

Otras acciones a tener en cuenta son las que actúan en dirección horizontal en la circulación en curva y las acciones en dirección longitudinal producidas por las ruedas motoras en los momentos de arranque y por todo el tren en los de frenado, junto con las debidas a las dilataciones y contracciones de origen térmico. Hay un último tipo de acciones de servicio que producen unas fuertes sollicitaciones, que normalmente son las responsables del inicio del fallo. Se trata de las acciones de contacto entre la rueda y el carril, que de acuerdo con la teoría de Hertz originan unas fuertes tensiones, que pueden superar el límite elástico del material, y cuyos valores máximos se localizan a solo unos pocos milímetros de la superficie de rodadura.

De cualquier manera, es preciso también tener en cuenta que para que en el curso del servicio del carril se inicien y luego se propaguen grietas bajo las cargas de fatiga que suponen el paso de los trenes juegan un papel fundamental las tensiones residuales, no solo las generadas en el proceso de fabricación sino, muy especialmente, las que surgen durante el propio servicio.

Es bien conocido el hecho de que la fuerte compresión superficial local que se genera en el contacto rueda-carril produce una plastificación de la citada región, de manera que el material elástico que la rodea induce una

fuerte tensión residual superficial de compresión, que se compensa con la aparición de tensiones residuales de tracción en la región subsuperficial. La superposición de esta tensión residual de tracción con las tensiones cíclicas de compresión que generan las cargas verticales son las causantes del crecimiento de grietas por fatiga en la cabeza de los carriles [2].

Por otro lado, aunque tal y como ya se ha apuntado, las grietas que se han observado en los análisis efectuados sobre fallos de carriles en servicio suelen crecer sobre un plano transversal, también se ha observado la existencia en ocasiones de grietas que han crecido a lo largo de un plano longitudinal. Las figuras 2 y 3 muestran ejemplos de ambos tipos de grietas. En [1] se indica que ambos defectos tienen una gran importancia práctica, de modo que un 32% de los fallos obedecen a grietas como la de la figura 2, mientras un 12% a defectos como el de la figura 3. En este trabajo se han tomado dos carriles de calidades diferentes con el objetivo fundamental de determinar si existen diferencias significativas en el crecimiento de grietas por fatiga y en la tenacidad a la fractura en las direcciones longitudinal y transversal de los citados carriles y la influencia que sobre estos comportamientos ejerce la orientación microestructural producida durante la laminación en caliente del carril.



Figura 2. Grieta transversal en la cabeza de un carril.



Figura 3. Grieta longitudinal en la cabeza de un carril.

3. PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL

Se extrajeron muestras de la cabeza de los carriles en la posición que indica la norma UNE-EN 13674-1 [3] con objeto de realizar su análisis químico mediante un espectrómetro de emisión atómica con fuente de chispa. El contenido de titanio y niobio se midió en un espectrómetro de fuente de plasma ICP tras haber

obtenido virutas del material y para el análisis del carbono, oxígeno y nitrógeno se extrajeron pines y se midieron en analizadores específicos LECO CS225 y TCH600.

También se extrajeron muestras de la cabeza del carril tanto en sentido transversal como en dirección longitudinal (plano longitudinal-vertical). Estas muestras se embutieron en resina protectora de bordes y se desbastaron y pulieron con pasta de diamante para su observación microscópica, tanto en estado de pulido como tras ataque con Nital 2%. Además, con el fin de analizar la composición química de las inclusiones y precipitados observados, se utilizó un microscopio electrónico de barrido FEI modelo QUANTA 400, con microsonda de análisis por energías dispersivas de rayos X, que permitió realizar análisis químicos semicuantitativos.

3.1. Ensayos Mecánicos

Se realizaron ensayos de tracción de acuerdo con la norma UNE-EN 10002-1 [4] sobre probetas cilíndricas extraídas de la cabeza del carril. Para la ejecución del ensayo de tracción se utilizó una máquina de ensayos universales Instron de 100 kN de capacidad de carga. La velocidad de ensayo fue de 1 mm/min en la zona elástica y, una vez alcanzado el límite elástico, de 21 mm/min en la zona plástica hasta la rotura. Con el fin de examinar la homogeneidad de la dureza en toda la cabeza del carril se realizó la medida de la dureza Brinell bajo carga de 3000kg en 9 puntos distribuidos a lo largo de la misma.

Por otro lado, con objeto de estudiar el comportamiento a fractura del carril en función de la orientación del plano de crecimiento, se extrajeron probetas de la zona de la cabeza del carril, compactas C (T) con el plano de fractura en la orientación TL (se denominará longitudinal) y de flexión en tres puntos SEN (B) con el plano de fractura con la orientación LS (se denominará transversal). Los ejes L,T,S se corresponden con la dirección longitudinal (L), transversal (T) y vertical (S) del carril y se encuentran representados junto con la localización en la cabeza del carril de ambos tipos de probetas en las figuras 4 y 5.

Se realizaron ensayos de crecimiento de grietas por fatiga, posteriormente se calculó el valor de ΔK umbral para el que no se detectó crecimiento de grieta por fatiga (ΔK_{umbral}) y finalmente se determinó el valor de la tenacidad a la fractura, K_{IC} , tras hacer crecer la grieta hasta una relación entre la longitud de la grieta y el ancho de la probeta, a/W , aproximadamente igual a 0,5. Se realizaron dos ensayos con cada geometría de probeta, por lo que todos los valores representados serán los valores medios de ambos ensayos.

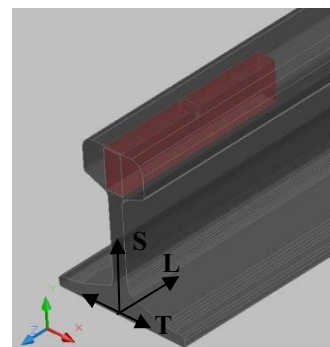


Figura 4. Localización de las probetas SEN (B).

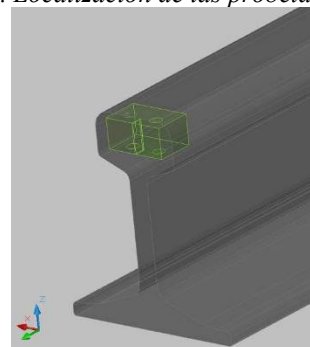


Figura 5. Localización de las probetas C (T).

El ensayo de crecimiento de grietas por fatiga se realizó de acuerdo con la norma BS 6835-1 [5]. El ensayo se realizó a temperatura ambiente y con una relación de cargas $R=P_{\min}/P_{\max}=0,5$. Una vez obtenida la Ley de Paris se bajó manualmente el factor ΔK hasta que no se detectó crecimiento de grieta (velocidad de crecimiento $da/dN < 10^{-10}$ m/ciclo). Los ensayos de tenacidad a la fractura se realizaron siguiendo las directrices marcadas por la norma ASTM E399-06. Estos últimos ensayos se realizaron a la temperatura de -20°C .

4. RESULTADOS

4.1. Composición química y análisis microestructural

La Tabla 1 muestra la composición química de los dos carriles analizados.

Elemento	C	Si	Mn	S
Carril 1	0.81	0.44	1.19	0.018
Carril 2	0.78	0.44	0.94	0.009
Elemento	Mo	Ni	Cu	Sn
Carril 1	<0.003	0.02	0.021	<0.001
Carril 2	0.031	0.11	0.29	0.014
Elemento	Cr	Al	V	N
Carril 1	0.26	<0.004	0.065	0.005
Carril 2	0.46	0.005	<0.004	0.009
Elemento	P	Sb	Ti	Nb
Carril 1	0.019	<0.002	<0.002	0.01
Carril 2	0.013	0.003	0.003	0.004
Elemento	O [ppm]	H [ppm]		
Carril 1	24	0.8		
Carril 2	19	0.9		

Tabla 1. Composición química de los carriles. Elementos en % en peso salvo cuando se indica otra cosa.

Son aceros prácticamente eutectoides, el primero ligeramente aleado con cromo, vanadio y niobio, mientras que el segundo está aleado con cromo y cobre y muestra un contenido de carbono ligeramente inferior. La microestructura de los dos carriles es 100% perlítica y en ningún punto se ha observado la existencia de martensita ni cementita intergranular. La Figura 6 da cuenta de la microestructura perlítica del carril 1. Se ha detectado en ambos carriles la existencia de inclusiones de sulfuro de manganeso y, en el caso del carril 1, también de precipitados de niobio. Tanto las inclusiones como los precipitados están claramente orientados en la dirección de laminación del carril, de manera que muestran una morfología claramente diferenciada en las probetas extraídas en las direcciones longitudinal y transversal, tal y como puede apreciarse en las figuras 7 y 8, correspondientes al carril 1, en el que en virtud de su superior contenido de azufre y la existencia de precipitados ricos en niobio, este efecto es más importante.

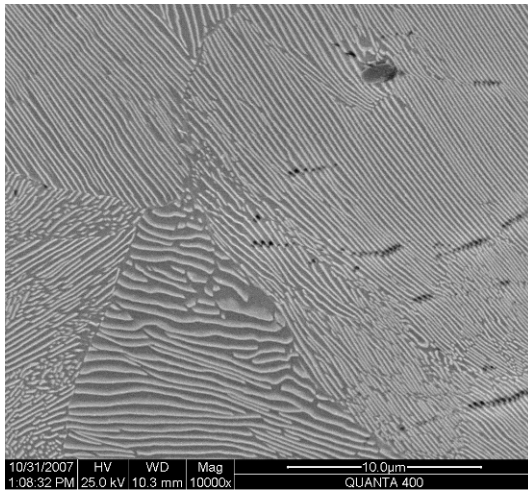


Figura 6. Microestructura general del carril: 100% perlítica

4.2. Ensayos de tracción y dureza

Los resultados del ensayo de tracción (dirección longitudinal) y dureza realizados sobre probetas extraídas de la región de la cabeza del carril se muestran en la Tabla 2. Se observa que el carril 1 microaleado con vanadio muestra una dureza algo superior.

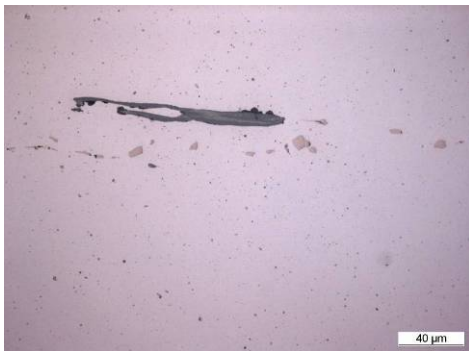


Figura 7. Sección longitudinal. Detalle de las inclusiones MnS y precipitados de niobio



Figura 8. Sección transversal. Detalle de las inclusiones de sulfuro de manganeso

PROBETA	Límite elástico [N/mm ²]	Resistencia a la tracción [N/mm ²]	Alargamient. [%]
Carril 1	582	1135	11.5
Carril 2	---	---	---
PROBETA	Estricción [%]	Dureza [kg/mm ²]	
Carril 1	17	330	
Carril 2	-	315	

Tabla 2. Resultados de tracción y dureza

4.3. Ensayos de crecimiento de grietas por fatiga

En la figura 9 se ha representado la región lineal de Paris de la velocidad de crecimiento de grietas por fatiga medida en las dos orientaciones, transversal y longitudinal y los resultados obtenidos se comparan con los límites máximos que impone la norma UNE-EN 13674-1 [3]. En la Tabla 3 se muestran tanto los valores umbrales ΔK_{umbral} como las constantes C y m de la Ley de Paris obtenidas en las dos direcciones analizadas y la velocidad de crecimiento de grietas por fatiga para la amplitud del factor de intensidad de tensión $\Delta K=10$ y $\Delta K=13,5 \text{ MPa}\cdot\sqrt{\text{m}}$, con objeto de proceder a la comparación con los límites que marca la norma anteriormente citada. Los valores umbrales determinados en este trabajo son parecidos a los evaluados en [7] sobre aceros similares.

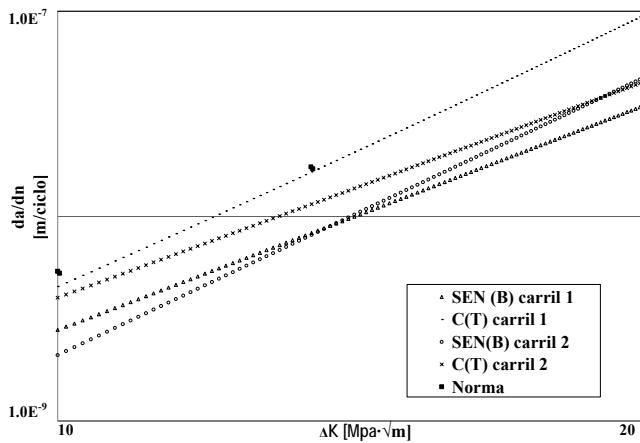


Figura 9. Representación gráfica de la velocidad de crecimiento de grietas, da/dN , frente a la amplitud del factor de intensidad de tensión, ΔK . Orientaciones longitudinal y transversal

Geometría	Carril 1		Carril 2		Norma [3]
Plano de fractura	T	L	T	L	T
Probeta	SEN (B)	C (T)	SEN (B)	C(T)	
ΔK_{umbral} (MPa·√m)	8	7	6.5	8	-
Ley de Paris (constante C)	$2.02 \cdot 10^{-9}$	$5.4 \cdot 10^{-10}$	$2.1 \cdot 10^{-10}$	$4.0 \cdot 10^{-9}$	-
Ley de Paris (constante m)	3.64	4.41	4.5	3.5	-
da/dN (m/ciclo) en $\Delta K=10$ MPa·√m	$8.8 \cdot 10^{-9}$	$14.3 \cdot 10^{-9}$	$6.6 \cdot 10^{-9}$	$12.6 \cdot 10^{-9}$	max $17 \cdot 10^{-9}$
da/dN (m/ciclo) en $\Delta K=13,5$ MPa·√m	$26.1 \cdot 10^{-9}$	$52 \cdot 10^{-9}$	$25.5 \cdot 10^{-9}$	$36 \cdot 10^{-9}$	max $55 \cdot 10^{-9}$

Tabla 3. Valores de ΔK_{umbral} y parámetros de la ley de crecimiento de grietas por fatiga.

4.4. Tenacidad a la fractura a -20°C

El registro gráfico obtenido en los ensayos de determinación de la tenacidad a la fractura fue siempre lineal cumpliendo en todo momento con las restricciones que impone la norma. La Tabla 4 muestra los resultados medios obtenidos en estos ensayos en las dos orientaciones y su comparación con el valor mínimo que impone la norma UNE-EN 13674-1 [3], mientras que la figura 10 da cuenta del aspecto frágil (clivaje) de la superficie de fractura de estas probetas..

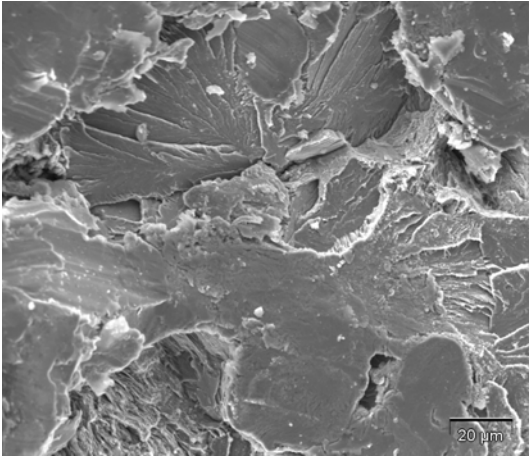


Figura 10. Fractura por clivaje de las probetas utilizadas en la determinación de K_{IC} .

Geometría	Carril 1		Carril 2	
Plano de fractura	T	L	T	L
Tipo de probeta	SEN (B)	C (T)	SEN (B)	C (T)
K_{IC} (MPa·√m)	39	39	34.5	38.5
K_{IC} (MPa·√m) según UNE-EN 13674. Calidad R260 [3].	mín 29	-	mín 29	-

Tabla 4. Resultados de tenacidad a la fractura a -20°C y comparación con la exigencia de la normativa vigente

5. DISCUSIÓN DE RESULTADOS

En el estudio microestructural realizado sobre la cabeza de los carriles se ha observado un alineamiento de inclusiones y de otros precipitados en la dirección longitudinal del carril. El aspecto alargado de estas inclusiones junto con la orientación escalonada de las mismas en dirección longitudinal contrasta con las inclusiones de aspecto globular y menor tamaño observadas en dirección transversal. Este hecho es particularmente importante en el caso del Carril 1, microaleado con niobio y vanadio, en virtud de su superior contenido de azufre y a la presencia de precipitados relativamente groseros de niobio, que no han sido convenientemente disueltos durante el recalentamiento previo a la laminación en caliente del carril.

Aunque no se tienen resultados de tracción del Carril 2, los resultados de dureza Brinell manifiestan que el acero microaleado con niobio y vanadio y con un contenido de carbono ligeramente superior (Carril 1) tiene una dureza y previsiblemente una resistencia mecánica un poco mayor que el otro.

El comportamiento a fatiga en la dirección transversal de los dos carriles, valores umbrales y velocidad de crecimiento de grietas por fatiga son bastante parecidos y cumplen sobradamente las limitaciones de la Norma

UNE-EN 13674-1. Además, aunque también cumplen la limitación de la tenacidad a la fractura que impone la propia norma, el carril microaleado (Carril 1), de mayor dureza, ha proporcionado una tenacidad también algo superior.

Por otro lado, los valores umbrales de fatiga en las direcciones longitudinal y transversal no han mostrado diferencias demasiado significativas lo que se justifica en virtud de que la zona plástica es tan pequeña (menor de $10\text{ }\mu\text{m}$ para $\Delta K=7\text{-}8\text{ MPam}^{1/2}$), que la posibilidad de encontrar inclusiones en la misma, que acelerarían el proceso de fatiga, se reduce significativamente. Sin embargo, para valores de ΔK mayores que el umbral, la velocidad de crecimiento de grietas por fatiga en la dirección longitudinal fue siempre apreciablemente mayor a la determinada en la dirección transversal en los dos carriles analizados, tal y como se aprecia en la Figura 9 y en la Tabla 3. Este efecto es especialmente significativo en el caso del carril microaleado (Carril 1), donde para valores del parámetro ΔK en el rango del segundo de los valores que contempla la norma a la hora de limitar la velocidad de crecimiento de grietas por fatiga ($\Delta K=13,5\text{ MPam}^{1/2}$), esta velocidad se acerca ya peligrosamente al límite que impone la anteriormente citada norma.

Es decir, se ha demostrado en este trabajo que la existencia de inclusiones de MnS alineadas en la dirección longitudinal del carril, que tiene lugar durante la laminación en caliente del mismo, deteriora significativamente su comportamiento a fatiga y, además, este fenómeno se acrecienta aún más en el caso del carril microaleado (Carril 1) en virtud de la alineación en la dirección longitudinal del carril de los precipitados de niobio, que no han sido convenientemente disueltos en el recalentamiento previo a su laminación en caliente.

Sin embargo, la tenacidad a la fractura de los carriles analizados no ha mostrado una variación importante entre las dos direcciones ensayadas, lo que nos indicaría que esta propiedad está fundamentalmente influenciada por la microestructura general, que ha sido en todos los casos estudiados 100% perlítica. La rotura fue en todos los casos por clivaje, por lo que la tenacidad está fundamentalmente relacionada con el tamaño del bloque perlítico y éste es independiente de la orientación [8,9].

6. CONCLUSIONES

En virtud del proceso de laminación en caliente que sufren los carriles durante su fabricación, se produce un alineamiento de sus inclusiones de MnS en la dirección longitudinal del carril, que dependerá principalmente de su contenido inclusionario, es decir, de su contenido en azufre. El tamaño, orientación y escalonamiento de estas inclusiones influyen negativamente en la velocidad de crecimiento de grietas por fatiga en el plano longitudinal del carril.

Este efecto ha sido especialmente notorio en el caso del carril microaleado (Carril 1) en virtud de la presencia adicional de precipitados de niobio formando parte de su microestructura, que no han sido convenientemente disueltos en el recalentamiento previo a su laminación en caliente.

Sin embargo, ni los valores umbrales para el crecimiento de grietas por fatiga, ni tampoco los de tenacidad a la fractura han mostrado una variación clara con la orientación, de modo que estos parámetros parecen depender prioritariamente de la microestructura general del carril, que se ha tratado de una microestructura 100% perlítica, independiente de la orientación, en todos los casos analizados en este trabajo

REFERENCIAS

- [1] D.Y. Jeong, Progress in rail integrity research, Informe Interno, U.S. Department of Transportation, Octubre 2001
- [2] D. Broek, The practical use of fracture mechanics, Kluwer Academic Pub., Holanda, 1989
- [3] UNE-EN 13674-1, Aplicaciones ferroviarias. Vía.Carriles. Parte 1: Carriles Vignole de masa mayor o igual a 46 Kg/m. Año 2006.
- [4] UNE-EN 10002-1: Método de ensayo a temperatura ambiente. Año 2002.
- [5] BS 6835-1/98: Method for the determination of the rate of fatigue crack growth in metallic materials. Part 1: Fatigue crack growth rates of above 10^{-8} m per cycle. Año 1998.
- [6] ASTM E399-06 Standard Test Method for Plane-Strain Fracture Toughness of Metallic Materials. ASTM, Año 2006.
- [7] El-Shabasy A.D. y Lewandowski J.J., Internacional Journal of Fatigue, 26, 2004, 305-309.
- [8] Gil Sevillano J., Fractura de aceros perlíticos, Anales de Mecánica de Fractura, Vol.10, 1993, 43-55
- [9] González Fueyo J.L., Influencia de la microestructura en el comportamiento mecánico de aceros utilizados en la fabricación de carril, Tesis Doctoral, universidad de Oviedo, 1997

ANÁLISIS DE LA FRACTURA DE UN ACERO DE BAJO CONTENIDO EN CARBONO CON GRANO NANOMÉTRICO Y ULTRAFINO OBTENIDO POR MOLIENDA MECÁNICA

R. Tejedor¹, R. Rodríguez-Baracaldo^{1,2}, J.A. Benito^{3,4}, J.M. Cabrera^{1,4}, J.M. Prado^{1,4}

¹ Dept. Ciència dels Materials i Enginyeria Metalúrgica, ETSEIB, Universitat Politècnica de Catalunya
Av. Diagonal, 647, 08028 Barcelona, España.
E-mail: robert.tejedor@upc.edu

² Dept. Ingeniería Industrial. Universidad Nacional de Colombia
Manizales, Colombia.

³ Dept. Ciència dels Materials, EUETIB, Universitat Politècnica de Catalunya
C/ Comte d'Urgell, 08036 Barcelona, España.

⁴ Centre Tecnològic de Manresa, CTM
Av. Bases de Manresa 1, 08240 Manresa, España.

RESUMEN

En el presente trabajo se evalúan las propiedades mecánicas de compactos de acero de bajo contenido en carbono (0,05%C) con tamaños de grano ultrafino y nanométrico. Las muestras se obtuvieron a partir de consolidación de polvo de hierro severamente deformado mediante molienda mecánica con un proceso de consolidación en dos pasos. Posterior a la consolidación se aplica un tratamiento térmico a temperaturas que van desde los 675°C hasta los 725°C con la finalidad de conseguir un amplio espectro de tamaños de grano. Se realizaron ensayos de dureza y de tracción a temperatura ambiente junto con estudios de tamaños de grano mediante microscopía electrónica de barrido y de transmisión. Finalmente se realiza un estudio fractográfico de las probetas de tracción para evaluar la influencia del tamaño de grano en la transición de fractura dúctil a frágil.

ABSTRACT

The mechanical properties of low carbon steel compacts (0.05% C) with ultrafine and nanometric grain sizes have been evaluated. The samples have been obtained from consolidation of severely deformed iron powder by mechanical milling. Subsequent heat treatments at temperatures ranging from 675°C to 725°C were applied with the aim of obtaining a wide range of grain sizes. The grain size distribution was studied by scanning and transmission electron microscopy. Hardness and tensile tests at room temperature were also performed. Finally, fracture surfaces of the tensile tests were analysed to assess the influence of grain size in the transition from ductile to brittle fracture.

PALABRAS CLAVE: Molienda mecánica, acero nanocristalino.

1. INTRODUCCIÓN

Los materiales con tamaños de grano nanocristalino (<100 nm) y ultrafino (100 – 1000 nm) tienen un gran interés, tanto científico como tecnológico, debido a las propiedades mecánicas que pueden ofrecer [1-3]. En este sentido, tanto el hierro como el acero nanocristalino y ultrafino podrían ser interesantes materiales estructurales debido a su gran resistencia.

El hierro con grano nanométrico y con grano ultrafino ha sido investigado y producido activamente en los últimos años [4-6]. En estos estudios se ha asociado la alta resistencia mecánica y dureza de estos materiales a una baja ductilidad y alta fragilidad.

Estos materiales se pueden obtener a través tanto de vías de procesamiento físico como químico. Los mejores resultados pueden obtenerse por procesos de Severa Deformación Plástica (SPD). Uno de estos procesos de SPD es la molienda mecánica (MM), que ha sido usada extensamente en las investigaciones de laboratorio debido a su simplicidad, bajos costes y a la aplicabilidad a toda clase de materiales. Además, esta técnica se puede extrapolar fácilmente a usos industriales [7-10].

Uno de los métodos más populares de consolidación de los polvos molidos es la consolidación en tibio [4-6, 11, 12]. Este método consiste en una primera compactación en frío a altas presiones seguido de una segunda compactación donde se combinan altas presiones con

temperatura para conseguir una buena unión metalúrgica entre las partículas del polvo molido. La temperatura de consolidación debe ser lo suficientemente baja para evitar el crecimiento de grano. Una de las ventajas de este método es que se pueden obtener una amplia gama de tamaños de grano dentro del rango nanométrico y ultrafino combinando diversas temperaturas de consolidación con posteriores tratamientos térmicos. Este procedimiento se ha usado para investigar la evolución microestructural y las propiedades mecánicas de muestras de hierro a medida que el tamaño de grano varía de decenas de nanómetros a unas cuantas micrómetros [5,13,14].

En el presente trabajo se evalúan las propiedades mecánicas mediante ensayos de tracción de compactos de acero (0,05%C) con tamaños de grano ultrafino y nanométrico obtenidos a partir de un proceso de consolidación de polvo de hierro severamente deformado mediante molienda mecánica y posterior tratamiento térmico.

2. PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL

Polvo de hierro de pureza comercial con una morfología irregular y un tamaño de partículas entre 75 y 160 μm fue sometido a molienda mecánica en un molino de bolas planetario (Fritsch Pulverisette 5) durante 17 horas. Se utilizaron recipientes de acero inoxidable y bolas de acero al cromo con una relación bolas-polvo de 27:1. Para evitar oxidaciones se utilizó una atmósfera inerte de argón. La composición final (%peso) del polvo molido fue de 0,05 %C, 0,94 %Cr, 0,03 %Si, 0,2 %Mn y 0,02 %S (Fe base) con una dureza de $8,7 \pm 0,7$ GPa y un tamaño de grano de 26 ± 10 nm.

El proceso de consolidación de los polvos se divide en dos fases. En la primera fase, el polvo se compacta en frío a una presión de 1300 MPa durante 30 minutos, y en la segunda fase se compacta en tibio a 500 °C y a una presión de 850 MPa durante 60 minutos en atmósfera inerte. La consolidación se llevó a cabo en un molde cilíndrico de acero maraging. Las piezas cilíndricas consolidadas tienen unas dimensiones finales de 1 mm de altura por 9,2 de diámetro. Para la obtención de diferentes tamaños de granos se realizaron tratamientos térmicos de las piezas consolidadas en un rango de temperaturas entre 675 y 725°C durante 30 minutos en un horno tubular en atmósfera inerte.

La densidad de los compactos se determinó primero mediante la medida directa de las dimensiones y el peso de las muestras, y en segundo lugar por el método de Arquímedes. Las diferencias entre los dos métodos fueron insignificantes. La porosidad total determinada por ambos métodos fue inferior al 3% en todas las muestras examinadas.

El tamaño del grano ferrítico se determinó mediante microscopía electrónica de transmisión (MET) usando las técnicas de campo claro y campo oscuro. Las muestras para MET se prepararon mediante pulido

electrolítico usando como electrolito una solución de 94% de ácido acético con un 4% de ácido perclórico. En todas las muestras se obtuvo un patrón de difracción [11]. Tanto el tamaño medio como las distribuciones de tamaños de grano se obtuvieron a partir de más de 250 mediciones de tamaños de grano para cada muestra.

La dureza de las piezas consolidadas se determinó mediante microindentaciones Vickers con una carga de 1,96 N tanto en la cara superior como inferior de los compactos. Se tomaron 28 medidas de dureza para cada consolidado.

Los ensayos de tracción se realizaron con una máquina de ensayos DEBEN microtest module a una velocidad de desplazamiento del bastidor de 0,2 mm/min a temperatura ambiente. Las probetas se obtuvieron mediante corte por hilo de las muestras consolidadas. Finalmente, las superficies de fractura fueron observadas mediante microscopía electrónica de barrido (MEB).

3. RESULTADOS Y DISCUSIÓN

3.1. Estudio microestructural

Las características de las piezas consolidadas, junto con el procedimiento de consolidación y el tamaño medio de grano ferrítico se muestran en la Tabla 1:

Tabla 1. Características de las piezas consolidadas

Procedimiento de consolidación	Tamaño de grano MET (nm)			% área grano grueso
	Media	Grano fino	Grano grueso	
CT 500°C	96	96 ± 36		0
CT 500°C + TT 675°C	~ 140	134 ± 43	2768 ± 1822	25
CT 500°C + TT 700°C	~ 380	310 ± 169	1953 ± 777	62
CT 500°C + TT 725°C	~ 500	436 ± 286	2914 ± 1025	66

CT, consolidación en tibio; TT, tratamiento térmico

La microestructura de la muestra consolidada a 500°C y sin tratamiento térmico se muestra en la Figura 1. La micrografía de MET de campo claro muestra como los granos de ferrita se mantienen dentro del rango nanocristalino, con un tamaño medio de 96 nm. Se observa un grano equiaxial donde, a pesar de los problemas de solapamiento habituales para tamaños de grano tan pequeños, se pueden identificar granos individuales. La orientación de los granos es al azar, tal y como puede comprobarse en los anillos continuos del patrón de difracción. En el espectro de difracción también puede verse la ausencia de puntos ajenos a los discos correspondientes a la ferrita, indicando que la presencia de óxidos y Fe_3C es mínima [11].

La tabla 2 muestra como el tamaño de grano aumenta con el posterior tratamiento térmico de los consolidados. Las micrografías de MET revelan una distribución bimodal de tamaños de grano, manteniendo una microestructura relativamente homogénea de granos finos equiaxiales y una pequeña presencia de grano grueso (figura 2 A) en el caso del tratamiento térmico a 675°C.

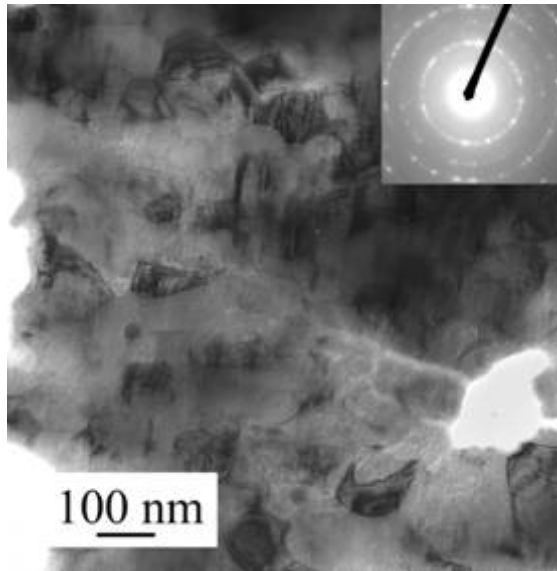


Figura 1. Micrografía MET de campo claro con el correspondiente patrón de difracción de la muestra sin tratamiento térmico.

Para tratamientos térmicos a mayor temperatura puede observarse más claramente la distribución bimodal del tamaño de grano ya que la proporción de grano grueso crece con la temperatura del tratamiento térmico. La micrografía del consolidado con un tratamiento térmico de 725°C (figura 2B) confirma la presencia de granos gruesos de ferrita. Estos granos gruesos y blandos de ferrita son los responsables de la ductilidad del material.

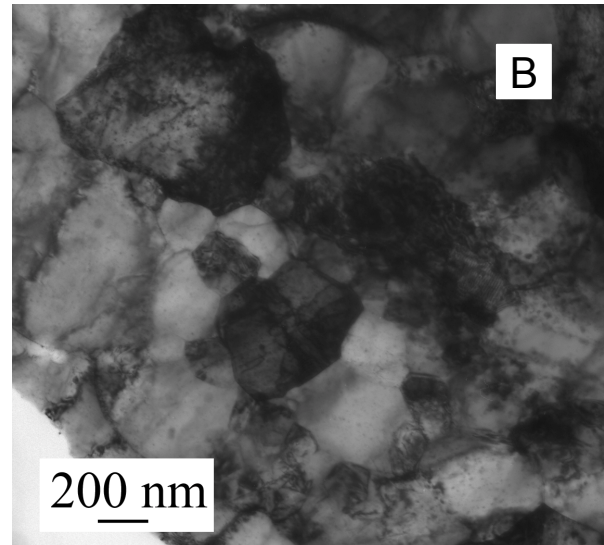
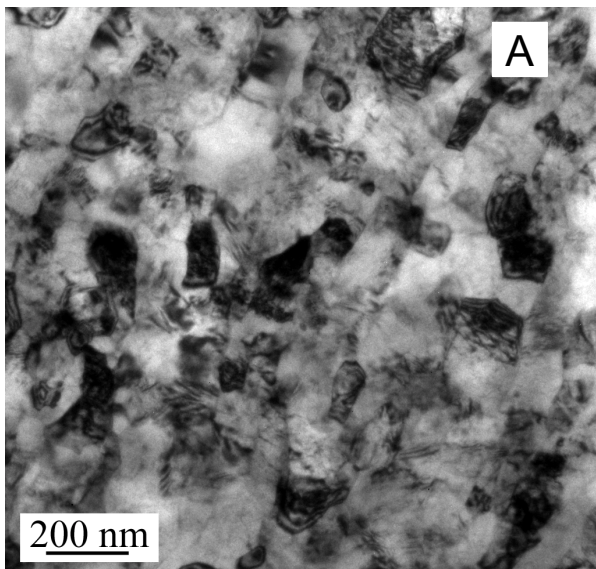


Figura 2. Micrografías MET de campo claro de las piezas consolidadas sometidas a tratamiento térmico de A) 675°C y B) 725°C.

3.2. Comportamiento mecánico

Los valores de densidad relativa (D), dureza Vickers (HV), resistencia a la tracción (RT), alargamiento (A) y reducción de área (RA) de los diferentes materiales consolidados se muestran en la Tabla 2.

Tabla 2. Propiedades mecánicas de las piezas consolidadas

T (°C)	Tamaño de grano (nm)	D (%)	HV (GPa)	RT (MPa)	A (%)	RA (%)
500	96	98	5.9 ± 0.3	77	1	2.1
675	~ 140	99	4.0 ± 0.4	1243	15.4	5.3
700	~ 380	98	3.0 ± 0.2	1028	23.2	21.2
725	~ 500	98	2.5 ± 0.2	911	28.1	44.9

La figura 3 muestra los resultados de los ensayos de tracción en frío. Se observa como la resistencia del material disminuye a medida que aumenta la fracción de granos gruesos. En cambio, el endurecimiento por deformación y la ductilidad mejoran al aumentar la fracción de grano grueso.

El consolidado con tamaño de grano nanocristalino muestra un comportamiento frágil sin deformación plástica ya que rompe a valores muy bajos de tensión (77 MPa). Aunque la densidad relativa del material es superior al 98%, la mala unión entre las partículas de polvo puede ser la causante de este comportamiento mecánico.

En las piezas con posterior tratamiento térmico, y en consecuencia, con una distribución de tamaños de grano bimodal se consigue un aumento de la ductilidad. En la tabla 2 se muestra como al aumentar el tamaño de grano, y por consiguiente la fracción de grano grueso, el alargamiento y la reducción de área de las probetas aumenta. Los granos gruesos, blandos y dúctiles de ferrita parecen ser los causantes del endurecimiento por deformación. Los tratamientos térmicos también conducen a una mejor unión metalúrgica entre las partículas de polvo, minimizando poros y defectos [15].

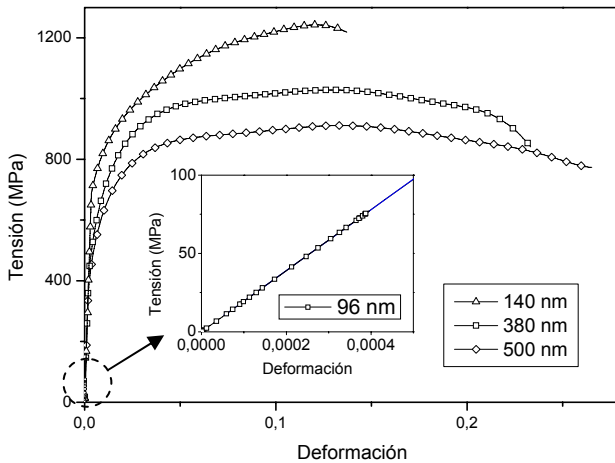


Figura 3. Curvas de tensión deformación de los ensayos de tracción para los diferentes tamaños de grano estudiados.

3.3. Análisis fractográfico

El análisis de la superficie de fractura mediante MEB del consolidado sin tratamiento térmico (figura 4) revela como a pesar de que los valores de compacidad son del 98%, la fractura tiene lugar por decohesión entre las partículas del polvo, indicando que la rotura es de tipo frágil e interparticular. También puede observarse que las partículas han conservado su morfología inicial, indicando la ausencia de ductilidad.

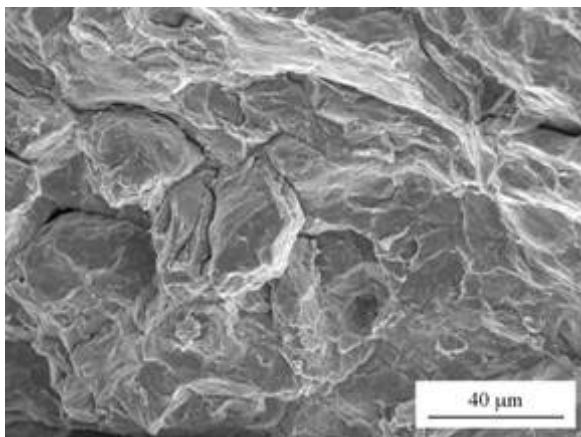


Figura 4. Fractografía del consolidado a 500°C. Se observa la rotura por decohesión de partículas.

La figura 5 muestra las superficies de fractura de las probetas tratadas térmicamente. Al aumentar la temperatura del tratamiento térmico se observa una mayor reducción del área de fractura sinónimo de la presencia de mayor ductilidad de probeta.

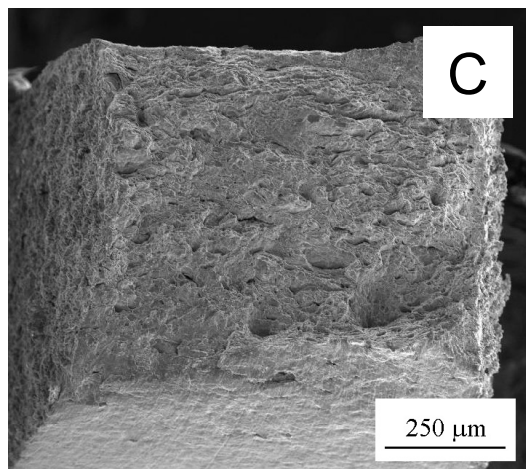
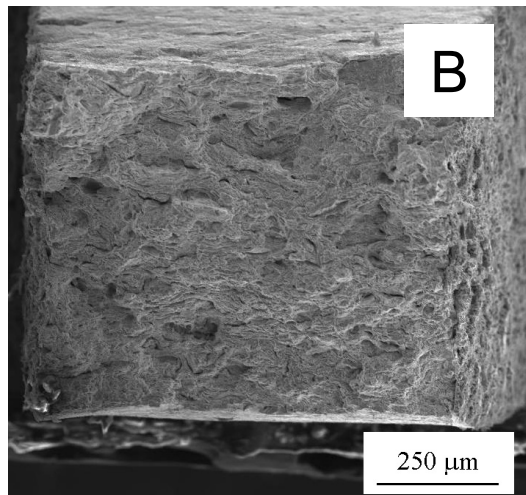
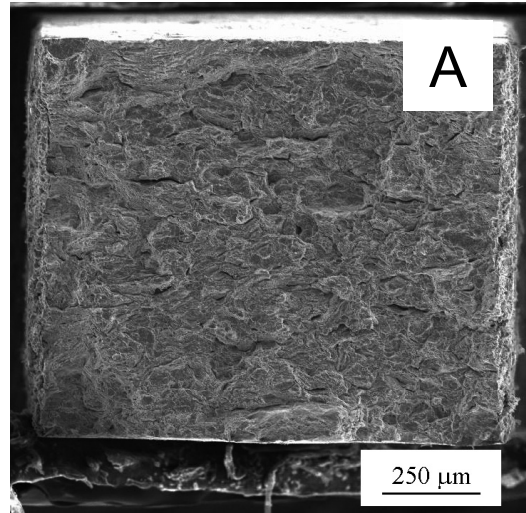


Figura 5. Fractografía de las muestras tratadas térmicamente a A) 675°C; B) 700°C; C) 725°C.

Aunque no se observa claramente el punto de inicio de la fractura, es posible que esta se inicie a partir de las microporosidades del material. Estos defectos actúan como concentradores de esfuerzos durante el ensayo.

Al aumentar la temperatura del tratamiento térmico las partículas de polvo van perdiendo su entidad inicial, empezándose a deformar en la dirección del esfuerzo hasta llegar a formar una clara estricción en la muestra tratada a 725°C (figura 5C).

En la figura 6 se puede observar la fractografía de la muestra con tratamiento térmico de 675°C. Puede observarse la presencia de deformación de las partículas de polvo. No es posible distinguir las partículas de polvo inicial en la superficie de fractura, aunque hay pequeñas zonas de clara decohesión. En la ampliación pueden verse zonas de rotura por decohesión y pequeñas zonas con finos microvacíos característicos de la microductilidad que muestra la probeta..

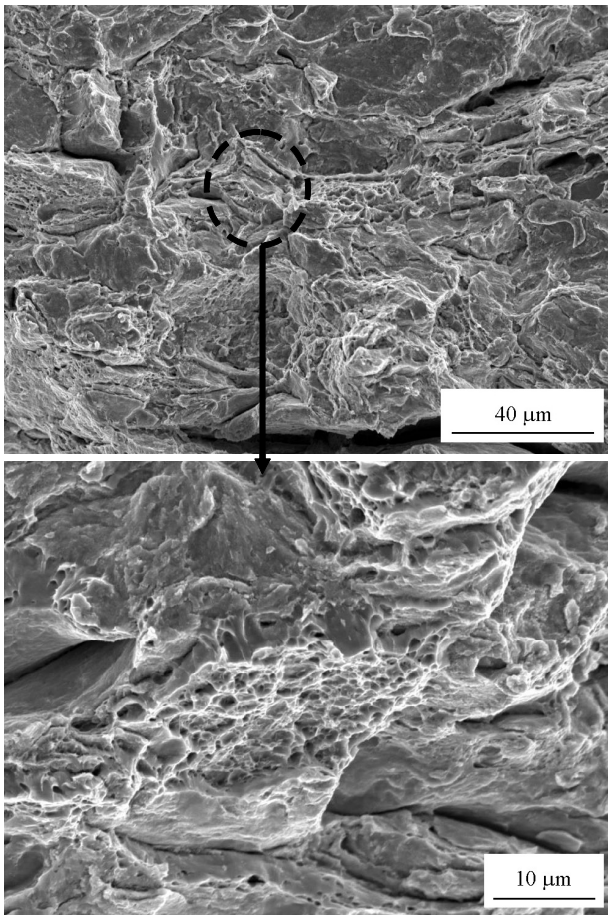


Figura 6. Fractografía de la muestra tratada térmicamente a 675°C. Se observa rotura por decohesión y pequeñas zonas de ductilidad.

La muestra de 700°C presenta un aumento de las zonas de rotura dúctil, caracterizada por los microvacíos. Aquí se hace evidente que el aumento de la temperatura de

tratamiento térmico permite una mayor cohesión entre partículas.

La fractografía de la muestra con tratamiento térmico de 725°C se muestra en la figura 7B. El material roto exhibe una fractura dúctil y transparticular. Se observa como las partículas de polvo se han deformado, perdiendo su morfología inicial, llegando a producirse estricción en la probeta. Las zonas de rotura por decohesión casi han desaparecido, predominando las zonas con numerosos y finos microvacíos.

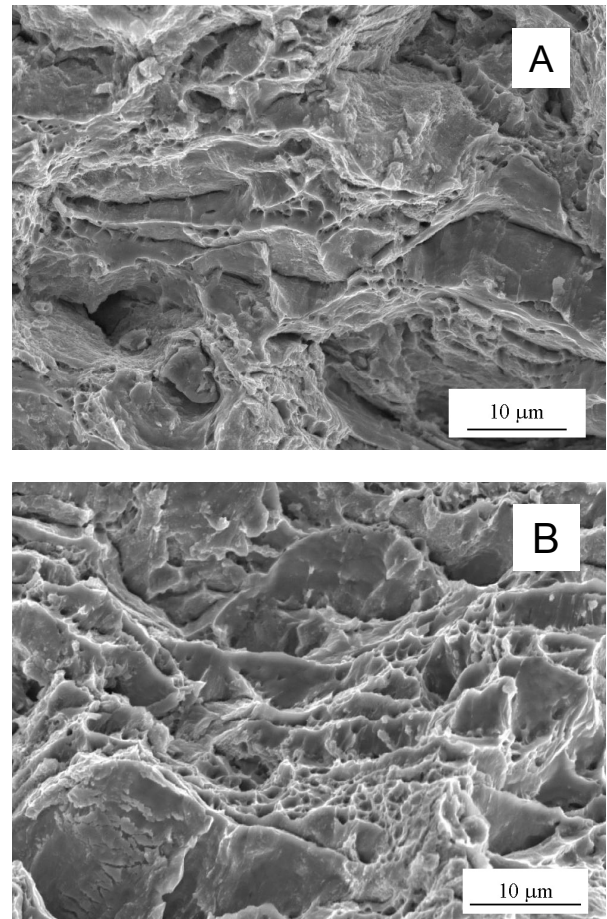


Figura 7. Fractografía de las muestras tratadas térmicamente a A) 700°C y B) 725°C. El material exhibe una fractura dúctil y transparticular.

La mejora en la ductilidad de las muestras puede atribuirse al posterior tratamiento térmico, ya que promueve una mejor unión entre las partículas de polvo, minimizando la porosidad y posibles defectos de consolidación. Esto se manifiesta con la fractura transparticular y la aparición de microvacíos.

4. CONCLUSIONES

Los compactos obtenidos mediante un proceso de consolidación a 500°C a partir de polvo de hierro deformado mediante molienda mecánica con una porosidad inferior al 2% presentan un tamaño de grano medio dentro del rango nanocristalino y ultrafino.

Se presenta un aumento del tamaño de grano tras someterlos a tratamiento térmico a temperaturas entre 675°C y 725°C. Este crecimiento no es uniforme, obteniéndose una estructura de grano bimodal, formada por granos finos rodeados por unos cuantos granos gruesos.

El análisis de la superficie de rotura de las piezas sometidas a tracción revela que para la muestra con tamaño de grano nanométrico la rotura es frágil e interparticular. La rotura se produce por decohesión de las partículas de polvo.

En las muestras con posterior tratamiento térmico la superficie de fractura muestra que a medida que aumenta la temperatura de tratamiento térmico la rotura es cada vez más dúctil y transparticular. La presencia de microvacíos en la superficie de rotura aumenta con la temperatura de tratamiento térmico. Este tipo de rotura se debe a la presencia de granos gruesos, blandos y dúctiles de ferrita.

AGRADECIMIENTOS

Los autores desean agradecer a M. Marsal y J.M. Manero por su colaboración en los estudios de MEB y MET, al grupo de Fatiga y Fractura del Departament de Ciència de Materials i Enginyeria Metal·lúrgica de la UPC. Se amplia este agradecimiento al MEC por la financiación de la CICYT (proyecto DPI 2005-09324-c02-01). R. Tejedor también agradece al MEC por la beca FPI (BES-2006-13957).

REFERENCIAS

- [1] H. Gleiter, *Prog. Mater. Sci.* 33, 233 (1989)
- [2] Valiev RZ, Alexandrov IV, Zhu YT, Lowe TC, *J Mat Res* 17:5 (2002)
- [3] Rawers J, Krabbe R, *J Mat Synth Process* 6:133 (1998)
- [4] T.R. Mallow, C.C. Koch, P.Q. Miraglia, K.L. Murty, *Mat. Sci. Eng. A* 252 (1998) 36-45
- [5] D. Jia, K.T. Ramesh, E. Ma, *Acta Mater.* 51 (2003) 3495-3509
- [6] A.S. Khan, H. Zhang, L. Takacs, *Int. J. Plast.* 16 (2000) 1459-1476
- [7] C. C. Koch, *Nanostruct. Mater.* 2, 109 (1993); 9, 13 (1997)
- [8] H. J. Fecht, *Nanophase Materials*, edited by G. C. Hadjipanayis and R. W. Siegel. Kluwer, Dordrecht, 1994, p. 125; *Nanostruct. Mater.* 6, 33 (1995)
- [9] A. W. Weeber and H. Bakker, *Physica B* 153, 93 (1988)
- [10] C. Suryanarayana, *Prog. Mater. Sci.* 46, 1 (2001)
- [11] R. Rodríguez-Baracaldo, J.A. Benito, J.M. Cabrera and J.M. Prado, *J. Mat. Sci.* 42 (2007) 1757-1764
- [12] J.C. Rawers, *Nanostruct. Mater.* 11 (1999) 1055-1060.
- [13] R. Rodríguez-Baracaldo, J.A. Benito, J.M. Cabrera and J.M. Prado. *Proceedings of the 2006 European Powder Metallurgy congress*. Edited by EPMA, Vol. 2 (2006) 131-136
- [14] R. Rodríguez-Baracaldo, R. Tejedor, J.A. Benito, J.M. Cabrera, J.M. Prado, *Materials Science&Engineering A* (2007), doi:10.1016/j.msea.2007.08.087

DETERMINACIÓN DEL TAMAÑO DE GRANO EFECTIVO EN LA PROPAGACIÓN DE LA FRACTURA POR CLIVAJE MEDIANTE DIFRACCIÓN DE ELECTRONES RETRODISPERSADOS

R. Rodríguez-Martín¹, I. Ocaña¹, A. Martín-Meizoso¹

¹ Departamento de Materiales, CEIT y Tecnun (Universidad de Navarra),
Paseo de Manuel Lardizábal, 15,
20018 San Sebastián. España
E-mail: ameizoso@ceit.es

RESUMEN

La técnica de difracción de electrones retrodispersados (EBSD) permite interpretar el tamaño de grano efectivo teniendo en cuenta la desorientación cristalográfica entre los diferentes granos que constituyen las facetas de clivaje. En este trabajo se ha medido dicha desorientación en perfiles de fractura obtenidos tras la realización de ensayos de tenacidad a bajas temperaturas (77 K) con aceros de alta resistencia ($\sigma_y = 460 - 890$ MPa). Concretamente, se ha determinado la desorientación entre granos contiguos que induce un cambio considerable en la dirección de avance de la grieta, y que, en consecuencia, supone una importante barrera para la propagación de la fractura. De este modo, ha sido posible definir la unidad microestructural que controla la propagación frágil de la grieta.

ABSTRACT

Electron backscattered diffraction (EBSD) allows for the interpretation of the effective grain size taking into account the crystallographic misorientation between the different grains constituting the cleavage facets. In this paper, this misorientation has been measured in fracture profiles obtained after performing fracture toughness tests at low temperatures (77 K) on high strength steels ($\sigma_y = 460 - 890$ MPa). Specifically, the misorientation between adjacent grains that provokes a significant change in the crack propagation direction has been determined acting as an important barrier for fracture propagation. In this manner, the microstructural unit controlling the brittle propagation of the crack has been defined.

PALABRAS CLAVE: Aceros de alta resistencia, EBSD, clivaje, tamaño de grano efectivo, maclas.

1. INTRODUCCIÓN

En la actualidad existe una creciente demanda de aceros de alta resistencia debido a las múltiples ventajas que ofrecen: su mayor resistencia, compatible con el aligeramiento de peso, mejores propiedades y un menor impacto medioambiental. Todo esto hace que estos aceros tengan múltiples aplicaciones: sector del automóvil, fabricación de oleoductos y conducciones de gas, aplicaciones estructurales, etc. Existe, además, un gran interés en introducir los aceros de alta resistencia en nuevas aplicaciones. El desarrollo de nuevos diseños que utilizan aceros de alta resistencia y en consecuencia una mejora en las propiedades de dichos aceros es, por tanto, uno de los grandes objetivos de los fabricantes de acero actualmente. Uno de los puntos clave para la introducción de estos nuevos diseños en el mercado es ofrecer seguridad y, en consecuencia, garantizar una buena tenacidad, puesto que muchos fallos estructurales se producen por la introducción de nuevos materiales o diseños cuyo comportamiento se desconoce. En este sentido, la propagación dinámica de las microgrietas y su posible detención constituyen un punto esencial en el estudio de la integridad estructural de los materiales.

En este trabajo se estudia el papel de las juntas de grano en microestructuras bainíticas y martensíticas,

características de los aceros de alta resistencia, en la etapa de propagación de la fractura por clivaje. Con este objetivo, se ha utilizado la técnica de difracción de electrones retrodispersados (EBSD). Dicha técnica se ha empleado previamente en el estudio de las propiedades cristalográficas de numerosas microestructuras, en el análisis de los micromecanismos de clivaje en aceros ferríticos y en la determinación de la cristalografía de los planos de clivaje [1-4]. Sin embargo, existen menos publicaciones relacionadas con la aplicación de la técnica de EBSD a la caracterización de los aspectos cristalográficos de la fractura por clivaje de microestructuras bainíticas y martensíticas. Este trabajo ha permitido definir y cuantificar el tamaño de la unidad microestructural que controla la propagación frágil de la microgrieta en estas complejas microestructuras.

2. PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL

Este estudio se ha realizado con aceros de alta resistencia correspondientes a las calidades P460Q, P690Q y S890Q (los números indican los límites elásticos a temperatura ambiente). Su composición química se detalla en la Tabla 1. Se trata de aceros que han sido sometidos a tratamientos de templeado y revenido.

Tabla 1. Composición química de los 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

Para determinar la tenacidad a 77 K se han realizado ensayos quasi-estáticos de mecánica de la fractura empleando probetas compactas de tracción, CT, con orientación TL, previamente agrietadas por fatiga. Se han ensayado 10 probetas por cada acero. Tanto el preagrietamiento por fatiga como los ensayos de fractura se han llevado a cabo siguiendo la norma ESIS P2-91D [5].

En este trabajo, se ha estudiado la etapa de propagación de la fractura frágil utilizando la técnica de difracción de electrones retrodispersados (EBSD). Para ello, tras la realización de los ensayos se han obtenido perfiles de fractura mediante cortes transversales de la superficie de fractura. Previamente a la realización del corte se ha protegido la superficie de fractura con una fina capa de níquel para evitar el redondeo de las facetas durante el corte y la posterior preparación metalográfica. La técnica de EBSD requiere que la muestra esté finamente pulida y por ello, los perfiles de fractura se han terminado de pulir en un paño de sílice coloidal de 0.3 μm durante un tiempo mínimo de 45 minutos. Se ha utilizado un equipo EBSD/OIM modelo 2200 TSL (TexSEM Laboratorios), acoplado a un microscopio electrónico de barrido PHILIPS XL30CP.

3. RESULTADOS Y DISCUSIÓN

3.1 Microestructuras

En la Figura 1 se presentan las microestructuras de los 3 aceros. El acero P460Q presenta una microestructura mixta bainita-ferrita, mientras que los aceros P690Q y S890Q están constituidos por una matriz martensítica fuertemente revenida (revenido menos severo en el caso del acero S890Q).

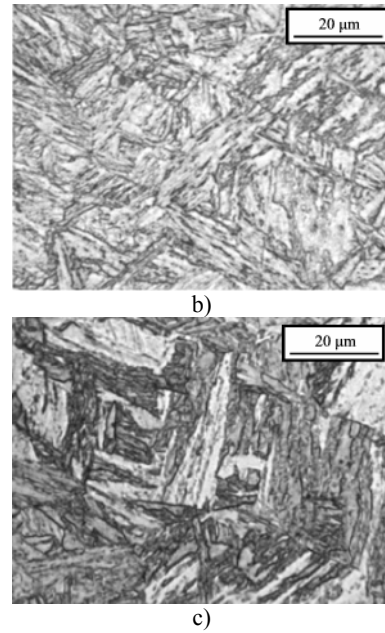
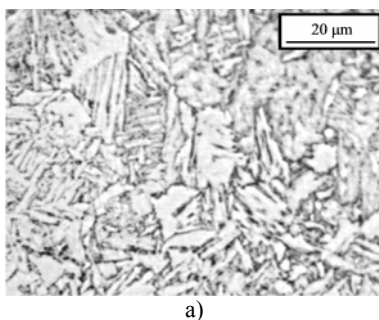


Figura 1. Microestructura de los 3 aceros estudiados revelada mediante ataque metalográfico con Nital al 2%. a) P460Q, b) P690Q y c) S890Q.

3.2 Ensayos de mecánica de la fractura

La Figura 2 muestra los valores de tenacidad de los 3 aceros. Se aprecia la dispersión característica de la fractura frágil. Adicionalmente, los valores medios de K_{IC} se resumen en la Tabla 2.

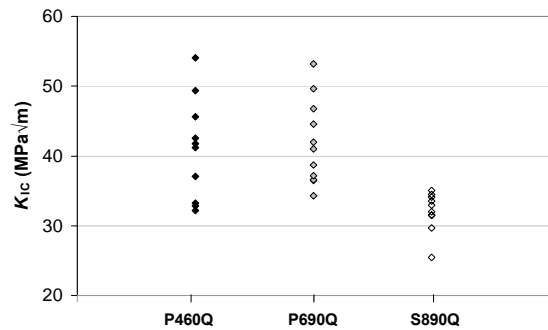


Figura 2. Resultados de los ensayos de tenacidad a 77K.

Tabla 2. Valores medios de K_{IC} para los 3 aceros.

	P460Q	P690Q	S890Q
K_{IC} (MPa $\sqrt{\text{m}}$)	41 ± 7	42 ± 6	32 ± 3

El acero S890Q, de mayor resistencia, presenta una menor tenacidad.

3.3 Análisis de los perfiles de fractura

Medida del tamaño de las facetas de clivaje

Se ha medido la distribución de tamaños de las facetas de clivaje presentes en probetas de los 3 aceros. En la Figura 3 se presenta a modo de ejemplo un perfil de fractura correspondiente a una probeta del acero P690Q. Se observa el cambio en la dirección de avance de la grieta cuando ésta atraviesa una junta entre paquetes martensíticos (flechas blancas). Sin embargo, en estos aceros, no se ha detectado una influencia determinante de las juntas de austenita previa en la propagación.

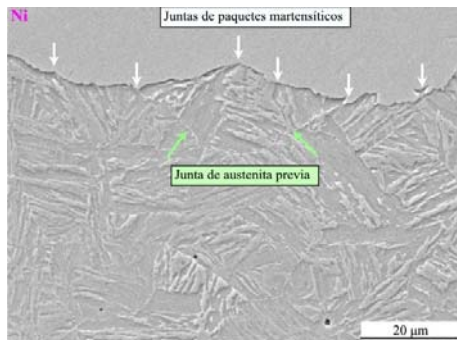
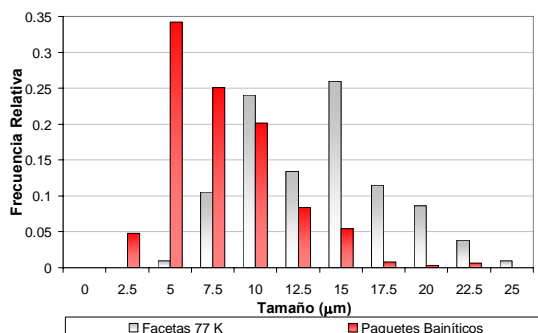
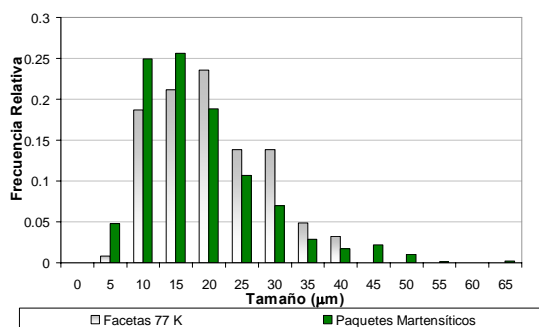


Figura 3. Perfil obtenido de una probeta del acero P690Q.

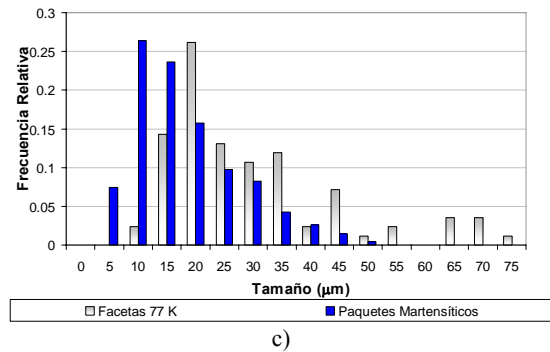
Los resultados de la distribución de tamaños de las facetas de los 3 aceros se muestran en la Figura 4. En los gráficos se comparan estos datos con la distribución de tamaños de paquetes bainíticos (acero P460Q) o martensíticos (aceros P690Q y S890Q), obtenida de la microestructura.



a)



b)



c)

Figura 4. Comparación entre las distribuciones de tamaño de los paquetes y de las facetas obtenidas tras los ensayos de fractura a 77 K. a) Acero P460Q; b) Acero P690Q; c) Acero S890Q.

Los tamaños de las facetas de clivaje son, en general, superiores al tamaño de paquete medido en la microestructura. Esto último es consecuencia de la necesidad de que exista una desorientación mínima entre paquetes adyacentes, por debajo de la cual el cambio en la dirección de avance de la grieta es inapreciable. De este modo, dos o más paquetes contiguos pueden formar una misma faceta si entre ellos existe una desorientación lo suficientemente baja. En la siguiente sección se cuantificará dicha desorientación.

En la Figura 4 se aprecia igualmente que la diferencia entre el tamaño de las facetas y de los paquetes es mayor en el acero P460Q. Esto es, en parte, debido a que dicho acero está constituido por una microestructura mixta bainita/ferrita y, por lo tanto, algunas facetas cuantificadas atraviesan los granos de ferrita, de menor tamaño que los paquetes bainíticos, y que no se han considerado en la representación de los resultados. Otras posibles causas de la mayor discrepancia entre el tamaño de facetas y de granos en este acero, se discuten a continuación.

Determinación de la unidad microestructural que controla la propagación de la fractura por clivaje (Unit Path Crack [6])

Numerosos autores [7-10] estudian la relación entre el tamaño de grano (o paquete) y la tenacidad considerando dos tipos de granos o paquetes: los *granos o paquetes morfológicos* y los *granos o paquetes cristalográficos*. Los primeros son aquéllos que se observan en el microscopio óptico o electrónico tras un ataque metalográfico adecuado. Los segundos, se definen mediante difracción de electrones retrodispersados y están formados por el conjunto de unidades vecinas que comparten una misma orientación cristalográfica. Aún hoy en día, no está claro cuál de las dos definiciones ha de considerarse cuando se analiza la función de los granos en la etapa de propagación de la fractura frágil.

En el apartado anterior se ha comparado el tamaño de las facetas con el tamaño de los paquetes morfológicos. A continuación, se analiza la influencia de los paquetes cristalográficos en la fractura frágil de los aceros P460Q, P690Q y S890Q. Para ello, primeramente se ha examinado cuál es la desorientación mínima entre paquetes cristalográficos adyacentes que induce un cambio notable en la dirección de avance de la grieta y que, en consecuencia, supone una barrera más efectiva contra la propagación de la fractura frágil. Dicha desorientación mínima se ha cifrado en 45° en los 3 aceros.

En la Figura 5a, se presenta el mapa de figuras de polos inversos [11] obtenido tras la realización de un barrido de EBSD sobre una probeta del acero P460Q. Se han dibujado en línea fina las juntas que separan granos desorientados entre 5 y 45° y en trazo grueso las juntas que corresponden a desorientaciones superiores. Además, se han señalado con flechas blancas los puntos que separan de forma evidente dos facetas frágiles. Se observa que la situación de las flechas blancas coincide generalmente con juntas dibujadas en trazo grueso (juntas de ángulos $> 45^\circ$).

La Figura 5b muestra el mapa de figuras de polos inversos correspondiente a un perfil extraído de una probeta del acero P690Q. Este acero está constituido por una microestructura maclada, consecuencia de la transformación martensítica. En él, además de las juntas habituales, existen bordes de macla entre muchas de las láminas de martensita. Los bordes de macla son juntas de tipo $\Sigma 3$ [12], en las cuales el eje de rotación es el $\langle 111 \rangle$ y el ángulo de giro 60° . En la Figura 5b se han dibujado estos bordes en color azul. Se muestra una zona ampliada con el objetivo de evidenciar el efecto de los bordes de macla en el avance de la grieta. En dicha zona se han trazado nuevamente las facetas de fractura. Como se observa en la figura, el empleo de la técnica de difracción de electrones retrodispersados ha permitido revelar facetas del tamaño de una lámina de martensita. Dichas facetas, prácticamente indistinguibles en el microscopio óptico o electrónico debido a su pequeño tamaño, se forman por la existencia de los bordes de macla entre las láminas de martensita, los cuales inducen una desviación de 60° en la dirección de avance de la grieta. Para detectar estas facetas se ha tenido en cuenta la información que proporciona el mapa de figuras de polos inversos y, además, se ha considerado que los planos de clivaje pertenecen a la familia $\{100\}$ [13]; así, se han determinado en cada lámina las trazas correspondientes a esta familia de planos y se ha dibujado aquella más afín a la topografía del perfil. Cabe mencionar aquí que, aunque no se ilustra, el acero S890Q presenta igualmente una subestructura maclada y una desorientación crítica para la propagación de la fractura frágil de 45° .

La influencia de las juntas de ángulos en torno a 45° y superiores en la propagación del clivaje ha sido recientemente descrita por varios autores [8, 10, 14-16].

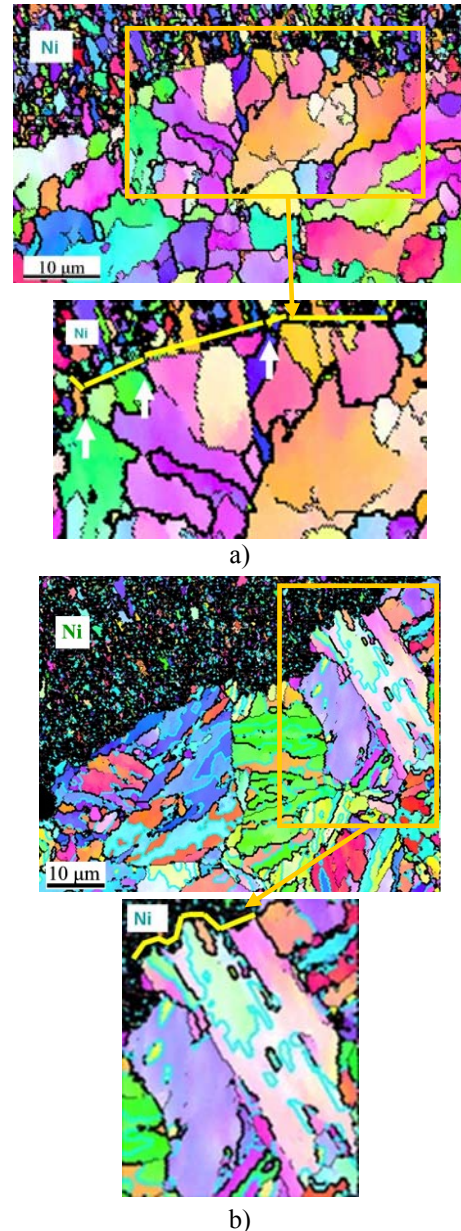


Figura 5. Micrografía de imagen por orientación. a) Perfil del acero P460Q, b) Perfil del acero P690Q.

Una vez determinada la desorientación entre paquetes cristalográficos contiguos crítica en la etapa de avance de la grieta, se ha definido la unidad microestructural que controla la propagación de la fractura frágil (*Unit Path Crack, UPC*) en los aceros P460Q, P690Q y S890Q. En los 3 aceros se ha comprobado que los paquetes vecinos desorientados entre sí un ángulo $\geq 45^\circ$ fuerzan un desvío significativo en la dirección de progreso de la grieta, constituyendo una barrera muy efectiva contra la propagación de la fractura. Este desvío se asocia, además, con la formación de ligamentos que posteriormente fracturan por desgarro dúctil. En consecuencia, se ha definido la *UPC* como la distancia entre juntas que separan paquetes desorientados un ángulo $\geq 45^\circ$. Para evaluar dicha distancia se ha medido la desorientación punto a punto a

lo largo de líneas rectas trazadas sin orden sobre la microestructura de los aceros, utilizando el software *TSL OIM ANALYSIS 4.6*. La Figura 6 muestra un ejemplo de este procedimiento aplicado sobre la microestructura del acero P460Q. Según se ilustra en la figura, cada línea proporciona un perfil de desorientaciones entre puntos adyacentes de la microestructura separados una distancia igual al paso empleado en el barrido de EBSD (0.25 μm en este caso).

En la Figura 7 se presentan los perfiles de desorientaciones obtenidos de igual modo sobre la microestructura de los aceros P690Q y S890Q. En estos aceros se observa una mayor cantidad de picos con desorientaciones de 60° . Dichos picos se relacionan con las juntas de tipo $\Sigma 3$, i. e., los bordes de macla.

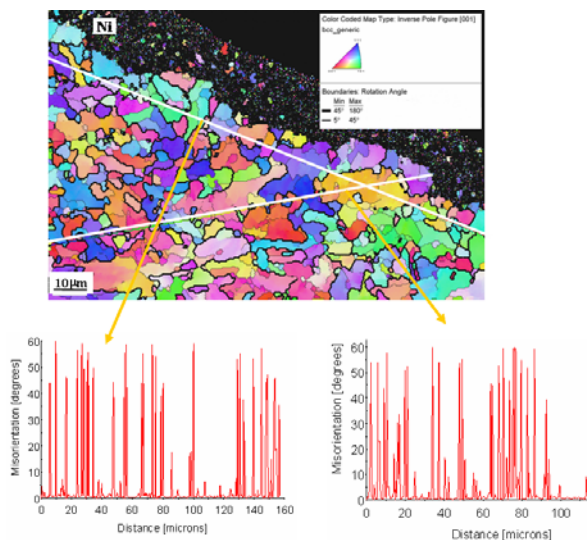


Figura 6. Perfiles de desorientaciones punto a punto obtenidos del trazado de líneas al azar sobre la microestructura del acero P460Q.

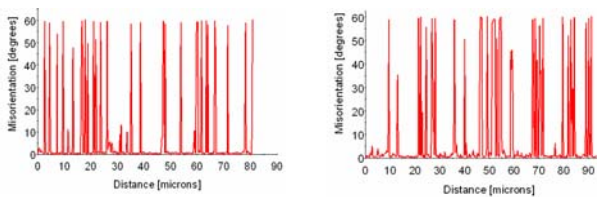
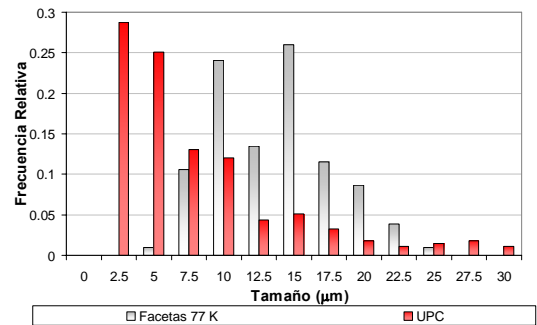


Figura 7. Perfiles de desorientaciones punto a punto obtenidos del trazado de líneas al azar sobre la microestructura de los aceros P690Q (izda.) y S890Q (dcha.).

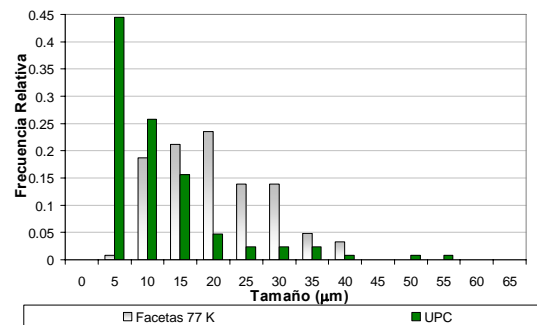
Se han realizado varios barridos de EBSD sobre la microestructura de los 3 aceros. En cada uno de ellos se han obtenido distintos perfiles de desorientaciones, a partir de los cuales se ha calculado la distancia entre puntos desorientados más de 45° ; concretamente se han contabilizado en cada acero un total de 500 distancias entre puntos desorientados más de 45° . Estos puntos se

corresponden con las juntas que separan granos, o paquetes, o láminas desorientados entre sí dicho ángulo.

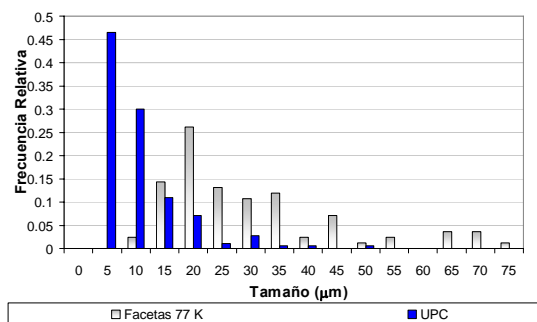
Tras medir las distancias que, como se ha expuesto a lo largo de esta sección, constituyen la unidad microestructural que controla la propagación de la fractura frágil, *UPC*, se ha comparado su valor con el tamaño de facetas medido sobre los perfiles mediante microscopía electrónica de barrido, al igual que se hiciera con los paquetes morfológicos. Los resultados se muestran en la Figura 8.



a)



b)



c)

Figura 8. Comparación entre la distribución de distancias entre puntos desorientados más de 45° y la distribución de tamaños de las facetas. a) Acero P460Q; b) Acero P690Q; c) Acero S890Q.

En el acero P460Q, la técnica de difracción de electrones retrodispersados ha permitido captar distancias entre puntos desorientados más de 45° tan grandes como el tamaño máximo de faceta observado mediante microscopía electrónica. Esto no ocurría cuando se consideraban los paquetes morfológicos, lo que confirma la necesidad de definir la unidad

microestructural que controla la propagación de la fractura frágil de este acero siguiendo un criterio de desorientación crítica entre paquetes.

En cuanto a los aceros P690Q y S890Q, se han comparado los tamaños de facetas con la distancia entre juntas de ángulos superiores a 45° ignorando los bordes de macla puesto que, a que a pesar de que dichos bordes producen una desviación de 60° e inducen en consecuencia la formación de nuevas facetas, éstas son del tamaño de una laja martensítica y no se han podido detectar mediante microscopía electrónica. Aunque sigue existiendo una importante proporción de distancias cortas (algunas de ellas asociadas a los problemas inherentes a la técnica de EBSD como, por ejemplo, la dificultad de identificar correctamente la orientación de determinados puntos), obviando los bordes de macla se ha logrado aumentar el porcentaje de distancias cuyo tamaño se aproxima a los tamaños mayores de facetas obtenidos mediante microscopía electrónica.

4. CONCLUSIONES

- (1) Las juntas que separan paquetes desorientados entre sí más de 45° constituyen una barrera muy efectiva contra la propagación frágil de las microgrietas en aceros bainíticos y martensíticos.
- (2) La técnica de EBSD es una poderosa herramienta en el estudio de los mecanismos de fractura a escala microscópica. El tamaño de grano cristalográfico es un parámetro microestructural de gran importancia en lo que concierne a la resistencia al clivaje de aceros.
- (3) Mediante EBSD se ha comprobado la existencia de maclas entre las lajas presentes en los aceros martensíticos. Los bordes de macla inducen la formación de nuevas facetas, del tamaño de las lajas martensíticas, que dificultan la propagación de la fractura frágil.

AGRADECIMIENTOS

El contenido de este artículo es consecuencia de un proyecto de investigación subvencionado por C.E.C.A. (7210-PR-312) y C.I.C.Y.T (MAT 2001-4275-E). Así mismo, uno de los autores (R.R.M.) desea expresar su agradecimiento al programa Torres Quevedo del Ministerio de Educación y Ciencia y cofinanciado por el Fondo Social Europeo por la ayuda económica que le ha sido concedida.

REFERENCIAS

[1] Dingley, D.J. and Randle, V., "Review: Microtexture determination by electron back-scatter diffraction", *Journal of Materials Science*, vol. 27, 1992, pp. 4545-4566.

[2] Randle, V., "Microtexture Determination and its Applications", Maney Publishing, London, 2003, 138 pages.

[3] Ayer, R. *et al.*, "Electron backscattered diffraction study of cleavage fracture in pure iron", *Materials Science and Engineering: A*, vol. 417, n° 1-2, 2006, p. 243.

[4] Randle, V. and Davies, P., "Crystallography of brittle fracture and deformation twinning in ferritic steels", *Materials Science and Technology*, vol. 21, n° 11, 2005, p. 1275.

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

[6] Pickering, F.B. "Transformation and Hardenability in Steels" in *Symposium Climax Molybdenum Company of Michigan*. Univ. of Michigan, 1967.

[7] Diaz-Fuentes, M. *et al.*, "Analysis of different acicular ferrite microstructures in low-carbon steels by electron backscattered diffraction. Study of their toughness behavior", *Metallurgical and Materials Transactions A: Physical Metallurgy and Materials Science*, vol. 34 A, n° 11, 2003, p. 2505.

[8] Gourgues, A.F. *et al.*, "Electron backscattering diffraction study of acicular ferrite, bainite, and martensite steel microstructures", *Materials Science and Technology*, vol. 16, 2000, pp. 26-40.

[9] Kim, S. *et al.*, "Effects of grain size on fracture toughness in transition temperature region of Mn-Mo-Ni low-alloy steels", *Materials Science and Engineering A*, vol. 359, n° 1-2, 2003, p. 198.

[10] Nohava, J. *et al.*, "Electron backscattering diffraction analysis of secondary cleavage cracks in a reactor pressure vessel steel", *Materials Characterization*, vol. 49, n° 3, 2002, pp. 211-217.

[11] "OIM™ ANALYSIS. User Manual." TexSEM Laboratories, Inc., 1997.

[12] Randle, V., "Twinning-related grain boundary engineering", *Acta Materialia*, vol. 52, n° 14, 2004, p. 4067.

[13] Orowan, E., "Classical and dislocation theories of brittle fracture", *Atomic Fracture Mechanisms [Russian translation]*, 1963, pp. 170-185.

[14] Qiao, Y., "Modeling of resistance curve of high-angle grain boundary in Fe-3 wt.% Si alloy", *Materials Science and Engineering A*, vol. 361, n° 1-2, 2003, p. 350.

[15] Qiao, Y. and Argon, A.S., "Cleavage crack-growth-resistance of grain boundaries in polycrystalline Fe-2%Si alloy: experiments and modeling", *Mechanics of Materials*, vol. 35, n° 1-2, 2003, p. 129.

[16] Bhattacharjee, D. *et al.*, "Charpy-Impact-Toughness Prediction using an "Effective" Grain Size for Thermomechanically Controlled Rolled Microalloyed Steels", *Metallurgical and Materials Transactions A: Physical Metallurgy and Materials Science*, vol. 35 A, n° 1, 2004, p. 121.

TENACIDAD DIRECCIONAL EN ACEROS PERLÍTICOS PROGRESIVAMENTE TREFILADOS

B. González¹, J.C. Matos², J. Toribio¹

¹ Ingeniería de Materiales (Universidad de Salamanca),
E.P.S., Campus Viriato, Avda. Requejo, 33,
49022 Zamora. España.
Correo-e: bgonzalez@usal.es

² Departamento de Informática y Automática (Universidad de Salamanca),
E.P.S., Campus Viriato, Avda. Requejo, 33,
49022 Zamora. España.
Correo-e: jcmatos@usal.es

RESUMEN

Este artículo trata sobre la influencia del proceso de trefilado en el comportamiento en fractura de aceros perlíticos. Con este fin se han realizado ensayos de fractura bajo carga de tracción axial sobre alambres de acero con distinto grado de trefilado (desde alambón hasta acero de pretensado comercial), pre-fisurados transversalmente por fatiga, analizando detalladamente los cambios en los mecanismos de fractura. Se han medido los ángulos de deflexión del camino de fractura mediante secciones metalográficas longitudinales y se han relacionado los parámetros característicos del registro carga-desplazamiento con distintos eventos de fractura. Los resultados han permitido calcular los factores de intensidad de tensiones críticos para distintos ángulos de fractura y grados de trefilado, evaluando así la *anisotropía resistente* y obteniendo una suerte de *tenacidad direccional*.

ABSTRACT

This paper deals with the influence of the cold drawing process on the fracture behaviour of pearlitic steels. To this end, fracture test under axial loading were performed on steel wires with different drawing degree (from a hot rolled bar to a commercial prestressing steel wire), transversely pre-cracked by fatigue, analyzing in detail the changes in fracture micromechanisms. The deflection angles of the fracture path were measured by longitudinal metallographic sections and the characteristic parameters of the load-displacement plot were related to different fracture events. Results allowed a calculation of critical stress intensity factors for different fracture angles and drawing degrees, thus evaluating the strength anisotropy and obtaining a sort of *directional toughness*.

PALABRAS CLAVE: Acero perlítico trefilado, Tenacidad direccional, Anisotropía.

1. INTRODUCCIÓN

Los mecanismos que suceden durante la fractura, así como el valor de la tenacidad de fractura, cambian con la temperatura, la velocidad de carga y el trabajo en frío [1-3]. El proceso de trefilado afecta al fenómeno de la fractura del acero perlítico, de forma que los aceros fuertemente trefilados (con mayor deformación plástica) exhiben anisotropía resistente [4]. Ello conduce al cálculo de dos tenacidades de fractura angular, una en la dirección radial y otra en la axial, siendo mucho mayor la primera que la segunda para los aceros con mayor deformación plástica [5-7].

El comportamiento en fractura del acero perlítico depende fundamentalmente del tamaño del grano austenítico previo [8-10], mientras que el trefilado provoca que el parámetro que controla el proceso de

fractura sea el tamaño de la colonia de perlita [11]. La superficie de fractura en estos aceros muestra un cambio en la dirección de propagación de la fisura y en los mecanismos de fractura conforme se trefila [6]. En alambres con entallas axisimétricas el grado de anisotropía de la fractura va a depender además de la geometría de la entalla, siendo los parámetros geométricos de máxima profundidad y mínimo radio los correspondientes a los valores máximos de concentración de tensiones y de triaxialidad [12].

2. PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL

Se ha empleado acero perlítico en todos sus pasos de trefilado, desde el alambón (procedente de una laminación en caliente) hasta el acero de pretensado (obtenido después de siete pasos de trefilado más un

proceso final de termo-relajación), incluyendo los siete aceros intermedios. Para designar el acero se ha utilizado un código compuesto por una letra B seguida de un dígito que indica el número de pasos de trefilado.

El proceso de trefilado provoca una serie de cambios microestructurales en el acero perlítico entre los que se destaca la sucesiva orientación de las láminas de perlita en la dirección de trefilado al tiempo que disminuye su espaciado interlaminar (figuras 1 y 2).

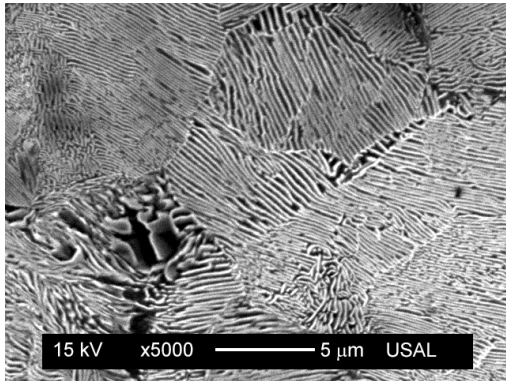


Figura 1. Microestructura del alambraón, B0 (sección longitudinal).

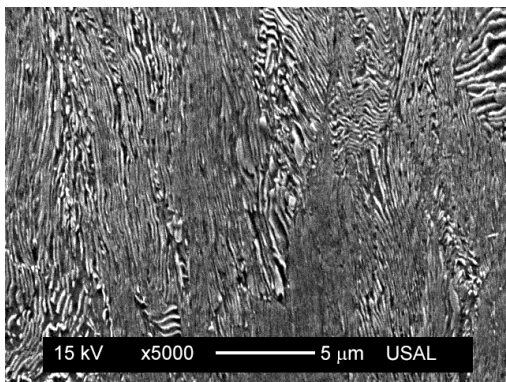


Figura 2. Microestructura del acero de pretensado, B7 (sección longitudinal).

El proceso de trefilado provoca una mejora en las propiedades mecánicas convencionales obtenidas a partir del ensayo de tracción simple, aumento del límite elástico (σ_Y) y de la resistencia a tracción (σ_{max}). En este artículo se ha estudiado qué sucede con el fenómeno de fractura en el acero a medida que se trefila. Para ello se realizaron ensayos de fractura a temperatura ambiente, cuatro en cada acero, sobre varillas de sección circular de 30 cm de longitud, a las que se les efectuó una fisura inicial mecánica para condicionar la iniciación de la fatiga. Ésta se ha realizado en varios pasos de carga constante, descendente de cada uno al siguiente. Se usó una onda sinusoidal con una frecuencia de 10 Hz, $R=0$ y una tensión máxima inferior a σ_Y . Tras realizar la fisura de fatiga se sometieron las probetas a un ensayo de fractura en control de velocidad de sollicitación axial a 3 mm/min, para obtener un registro carga-desplazamiento ($F-u$) hasta el instante de rotura.

3. RESULTADOS

3.1. Ángulo de fractura

Se efectuaron cortes longitudinales aproximadamente simétricos de las probetas ensayadas a fractura, se fotografiaron (figura 3) y se midió el ángulo de fractura. En las fotografías de estas superficies se ha situado la fatiga previa (más plana) siempre a la izquierda.

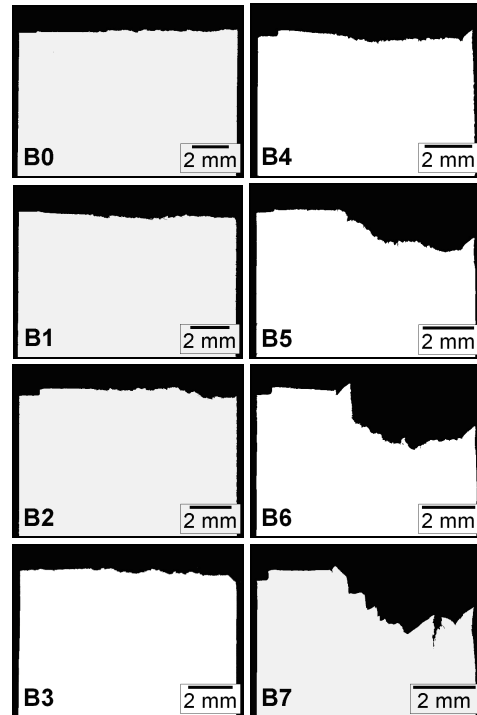


Figura 3. Sección longitudinal fractura acero B.

A medida que aumenta la deformación plástica con el número de pasos de trefilado también lo hace la rugosidad de la superficie de fractura, así como el ángulo de fractura respecto a la sección transversal del alambre (figura 4), lo que implica la aparición de una fractura en *modo mixto*. Además se observa al inicio de la fractura, en los aceros más fuertemente trefilados, la existencia de un escalón a 90° respecto a la sección transversal del alambre.

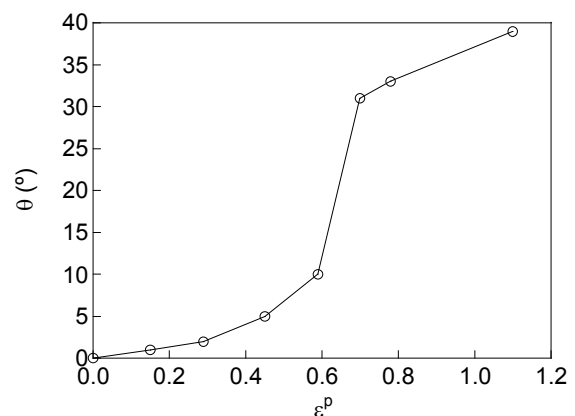


Figura 4. Ángulos de fractura.

3.2. Caracterización de la superficie de fractura

Macroscópicamente, la superficie de fractura de los aceros débilmente trefilados se propaga de forma perpendicular a la tensión aplicada, continuando la fisura de fatiga. Por el contrario, en los aceros fuertemente trefilados la fractura es muy anisótropa, con abundante fisuración longitudinal (figura 5).

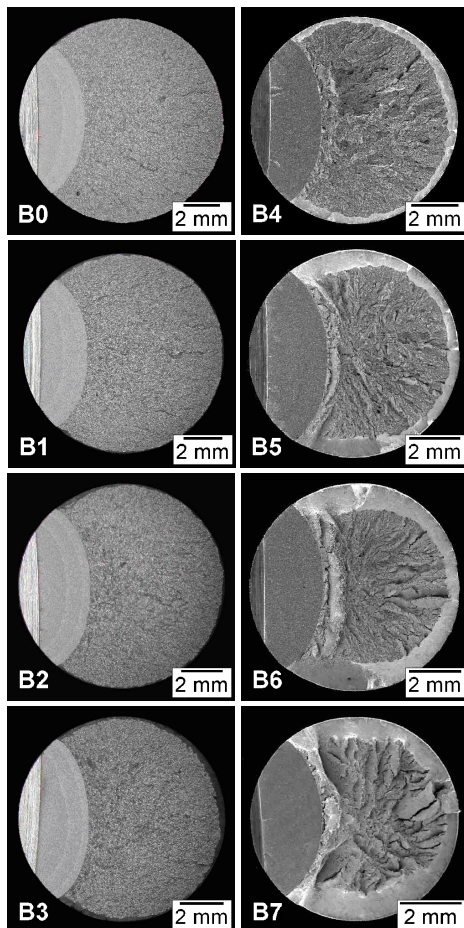


Figura 5. Superficies de fractura.

En los aceros débilmente trefilados aparece, en la superficie de fractura posterior a la fisura de fatiga, una zona de microhuecos de extensión de unas décimas de micra, cuyo espesor aumenta con el proceso de trefilado. A continuación la fractura se propaga mediante facetas de clivaje y acaba en una pequeña corona de microhuecos. La zona inicial de microhuecos no se ha tenido en cuenta en los cálculos, considerándose un único frente de fisura en fractura: el obtenido por fatiga. Éste se modelizó como parte de una elipse de semiejes a_f y b_f , y centro en el borde del alambre, coincidiendo a_f con la profundidad de fisura.

En los aceros fuertemente trefilados los mecanismos principales de fractura son los microhuecos junto con paredes verticales de clivaje alargado. Estas últimas aumentan en extensión y profundidad con el trefilado y aparecen rodeando a la fatiga con abundante fisuración secundaria radial. La corona final de microhuecos tiene un espesor mayor que en los aceros poco trefilados.

La zona de crecimiento anterior a la pared vertical tiene un tamaño del orden de centenas de micras y se ha tenido en cuenta en los cálculos, dando lugar a la aparición de dos tamaños de fisura crítica durante la fractura: el resultante del crecimiento de fisura por fatiga con semiejes a_f y b_f , y el que existe en el momento del crecimiento de la pared vertical por clivaje con semiejes a_e y b_e .

3.3. Registros carga-desplazamiento

Los registros obtenidos para la curva $F-u$ (carga aplicada frente al desplazamiento de la base del extensómetro colocado de forma simétrica respecto a los labios de la fisura) son diferentes para los aceros débil y fuertemente trefilados (figuras 6 y 7). Ambos tienen una zona inicial lineal que se torna curva, siendo esta curvatura generalmente mayor conforme aumenta el proceso de trefilado, aunque también pueda depender de otros parámetros.

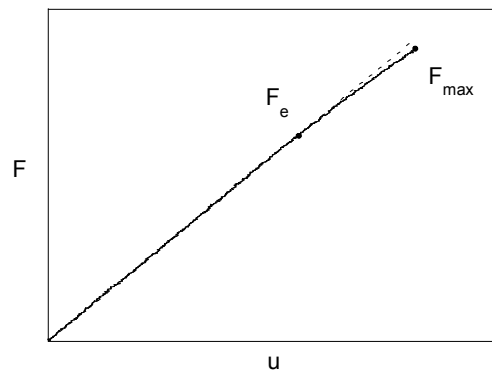


Figura 6. Curva $F-u$, aceros débilmente trefilados.

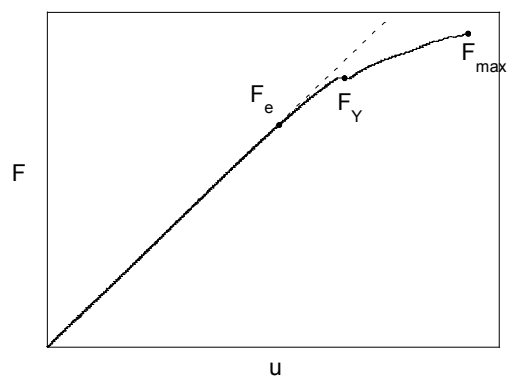


Figura 7. Curva $F-u$, aceros fuertemente trefilados.

Las curvas se caracterizaron a partir de dos parámetros, la carga donde acaba el comportamiento lineal (F_e) y la carga de rotura final (F_{max}), aunque en los aceros fuertemente trefilados también se observó una carga característica que puede asociarse con un fenómeno de micro-desgarro (F_Y), denominado *pop-in* [13], que va acompañado de un ruido de rasgadura característico. Se ha observado, mediante la realización de ensayos interrumpidos [14], que el fenómeno del *pop-in* está asociado físicamente con la aparición de fisuración vertical (figura 8).

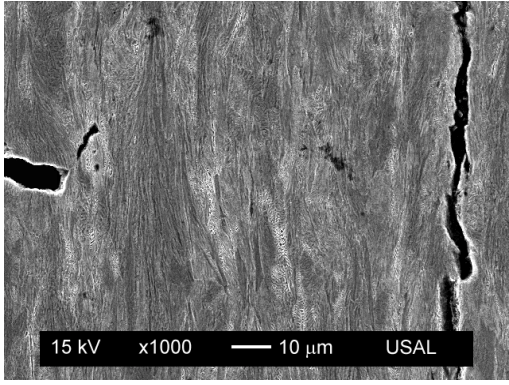
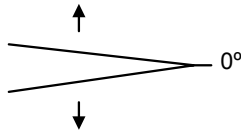


Figura 8. Desgarro vertical (pop-in).

3.4. Tenacidad de fractura

A partir de los ensayos de fractura realizados se calculó el FIT crítico correspondiente al ángulo macroscópico de la superficie de fractura ($K_{IC\theta}$) y el FIT crítico asociado al fenómeno de *pop-in* (K_{IC90°) en aquellos aceros donde existía un escalón vertical.

El FIT crítico en modo I a 0° (figura 9) se obtiene, con el criterio local de fractura, a partir de la carga máxima aplicada en el ensayo y teniendo en cuenta el frente de fisura obtenido después de la fatiga.


 Figura 9. Punta de fisura, 0° .

Para calcular el FIT adimensional, Y , se utilizó la expresión triparamétrica obtenida por Shin y Cai [15] para geometrías cilíndricas sometidas a cargas de tracción que contienen una fisura superficial elíptica,

$$K_{10^\circ} = K_{10^\circ}(F_{\max}, a_f, b_f) = Y \left(\frac{a_f}{D}, \frac{a_f}{b_f}, \frac{x}{h} \right) \sigma_{\max} \sqrt{\pi a_f} \quad (1)$$

Para obtener el FIT de una fisura secundaria de ángulo θ a partir de otra principal (figura 10), se ha tenido en cuenta que los FIT locales en la punta de una fisura secundaria (k_1^* , k_2^*) se relacionan con los FIT globales de la fisura principal (K_I , K_{II}) para el caso en que la longitud de la secundaria tienda a cero [16],

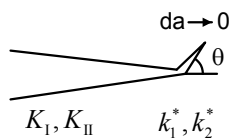


Figura 10. Deflexión de la punta de fisura.

Se obtiene que la expresión de los factores de intensidad de tensiones locales, para la punta de la fisura en deflexión, es la siguiente:

$$\begin{pmatrix} k_1^* \\ k_2^* \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} K_{11} & K_{12} \\ K_{21} & K_{22} \end{pmatrix} \begin{pmatrix} K_I \\ K_{II} \end{pmatrix} \quad (2)$$

donde los coeficientes K_{ij} sólo dependen del valor del ángulo de deflexión θ . Estos coeficientes se ajustaron mediante expresiones polinómicas de tercer orden con altos coeficientes de regresión,

$$\begin{aligned} K_{11} &= 6.684 \cdot 10^{-7} \theta^3 - 1.420 \cdot 10^{-4} \theta^2 + 3.952 \cdot 10^{-4} \theta + 9.993 \cdot 10^{-1} \\ K_{21} &= -2.284 \cdot 10^{-7} \theta^3 - 4.214 \cdot 10^{-5} \theta^2 + 9.538 \cdot 10^{-3} \theta - 2.064 \cdot 10^{-3} \\ K_{12} &= 7.447 \cdot 10^{-7} \theta^3 - 9.736 \cdot 10^{-5} \theta^2 + 2.806 \cdot 10^{-2} \theta + 4.735 \cdot 10^{-3} \\ K_{22} &= 1.641 \cdot 10^{-6} \theta^3 - 3.065 \cdot 10^{-4} \theta^2 + 9.846 \cdot 10^{-4} \theta + 9.982 \cdot 10^{-1} \end{aligned} \quad (3)$$

El valor de la tasa de liberación de la energía cumple la siguiente expresión:

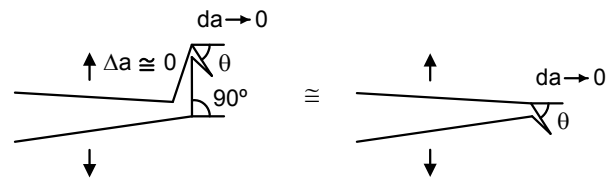
$$G = \frac{(k_1^{*2} + k_2^{*2})}{E'} \quad (4)$$

donde $E' = E/(1-\nu^2)$ para deformación plana y $E' = E$ para tensión plana.

En aquellos materiales que exhiben un comportamiento anisótropo en fractura, la energía específica de fractura depende del ángulo de propagación, θ , respecto al plano de fisura (contenido en la sección transversal del alambre), pudiendo relacionarse la tasa de liberación de energía direccional $G(\theta)$ con el FIT direccional $K_I(\theta)$ y análogamente sus valores críticos, del siguiente modo,

$$G(\theta) = (K_{11}^2 + K_{21}^2) G(0^\circ) \quad (5)$$

En la propagación de la fisura a partir de la pared de clivaje vertical de los aceros fuertemente trefilados, la relación entre la tasa de liberación de energía, para el crecimiento en el plano de fractura de un ángulo θ se puede simplificar anulando la longitud de la deflexión vertical (figura 11).


 Figura 11. Punta de fisura, θ .

Se obtiene que el FIT crítico a θ se puede calcular a través de la siguiente expresión:

$$K_{10} = \sqrt{K_{11}^2 + K_{21}^2} K_{10^\circ}(F_{\max}, a_e, b_e) \quad (6)$$

En los aceros fuertemente trefilados también se calculó el factor de intensidad de tensiones crítico en modo I a 90° , a partir de la carga del *pop-in*.

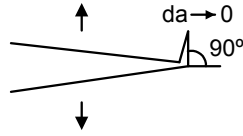


Figura 12. Punta de fisura, 90° .

En la superficie de fractura, en el escalón que se corresponde con el disparo vertical por clivaje (figura 12), la relación entre la tasa de liberación de energía en la dirección radial ($\theta = 0^\circ$) y la dirección axial para el ángulo de 90° cumple [6, 7],

$$G(90^\circ) = 0.2615G(0^\circ) \quad (7)$$

permitiendo calcular el FIT crítico a 90° a partir de la siguiente expresión:

$$K_{I90^\circ} = \sqrt{0.2615} K_{I0^\circ}(F_Y, a_e, b_e) \quad (8)$$

En la figura 13 se muestran los resultados del FIT crítico en modo I para el ángulo de fractura θ de cada paso de trefilado, y el del ángulo de 90° en aquellos aceros donde la anisotropía empieza a manifestarse mediante la fisuración vertical. Ambos aumentan de valor con el proceso de trefilado.

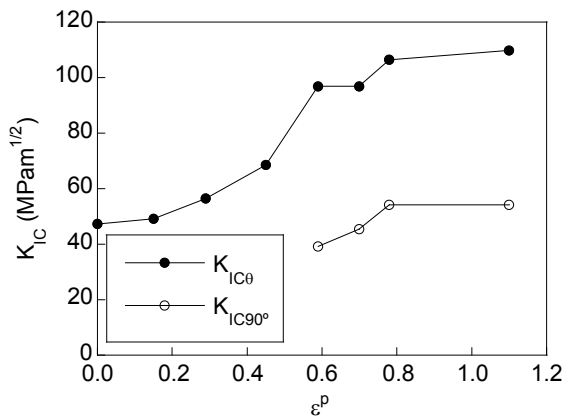


Figura 13. Tenacidades de fractura $K_{IC\theta}$ y K_{IC90° .

4. DISCUSIÓN

El trefilado es un proceso efectivo para incrementar la resistencia de los aceros perlíticos, obteniéndose una mejora considerable en el comportamiento en fractura al tiempo que se produce una fuerte anisotropía. Esta anisotropía de la fractura está relacionada con la anisotropía de la microestructura. La figura 14 muestra la relación entre el ángulo de fractura (ángulo macroscópico θ) y el ángulo de las láminas de perlita (ángulo microscópico θ_m).

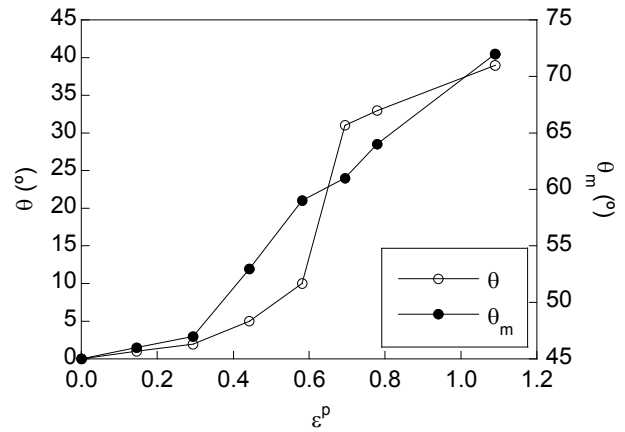


Figura 14. Ángulos de fractura y de las láminas.

El cálculo del FIT crítico en modo I a 0° se realizó de forma lineal cuando se disponía de los valores para dos ángulos. En el caso de que sólo se tuviese el valor del FIT crítico para un ángulo distinto de 0° no se tuvo en cuenta la inclinación, ya que era pequeña. Los resultados muestran que a medida que aumenta el número de pasos de trefilado, el acero se hace más anisótropo en su comportamiento en fractura (figura 15). K_{IC0° aumenta notablemente con la deformación plástica, llegando a triplicarse, mientras que K_{IC90° aumenta ligeramente.

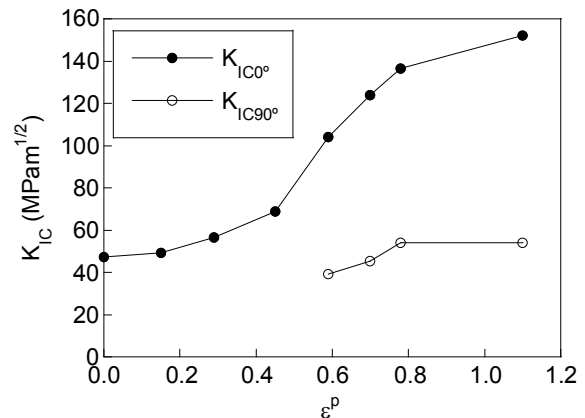


Figura 15. Tenacidades de fractura K_{IC0° y K_{IC90° .

Para altas deformaciones el K_{IC90° es notablemente menor que K_{IC0° , motivo por el que existen frecuentes paredes verticales de clivaje en las superficies de fractura. Este fenómeno se puede relacionar con la existencia de una punta de fisura redondeada que producirá una tensión de hinchamiento [14], unida a la presencia de numerosas microfisuras verticales producto del trefilado.

La representación adimensionalizada del factor de intensidad de tensiones crítico en modo I para cualquier ángulo, en función del valor para el ángulo cero, muestra una relación lineal tal y como se le ha impuesto, pero además es prácticamente la misma recta para todos los aceros (figura 16).

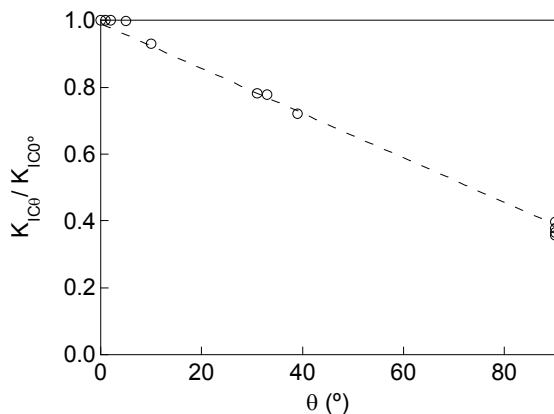


Figura 16. $K_{IC\theta}/K_{IC0^\circ}$ en función del ángulo de fractura.

5. CONCLUSIONES

El factor de intensidad de tensiones (FIT) crítico se ha calculado a partir de las curvas carga-desplazamiento ($F-u$) mediante sus cargas características: la carga máxima durante el ensayo (para la cual se produce la separación de la probeta en dos partes) y también la carga de micro-desgarro (*pop-in*), asociada a la fisuración vertical de clivaje, en los aceros fuertemente trefilados.

El proceso de trefilado mejora el comportamiento en fractura en modo I para un ángulo de 0° en el acero perlítico, pero induce una fuerte anisotropía en su comportamiento en fractura, mayor a más deformación plástica. El trefilado provoca que exista un cambio en el ángulo de fractura, pasando la superficie de fractura de ser transversal al alambre a producirse un cierto ángulo cada vez mayor y con numerosas paredes verticales. En los aceros más deformados plásticamente, el FIT crítico en modo I para un ángulo de 90° aumenta ligeramente, manteniendo un valor mucho menor que para 0° .

En el caso de los aceros fuertemente trefilados se ha obtenido experimentalmente la *tenacidad direccional* (o factor de intensidad de tensiones crítico) en función del ángulo de deflexión (macroscópico) del camino de fractura, siendo a su vez dicho ángulo función del ángulo de orientación microestructural de las láminas de perlita. Se ha obtenido una relación aproximadamente lineal entre la tenacidad direccional y el ángulo de deflexión del camino de fractura.

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 SA067A05 y SA111A07) y Fundación "Memoria de D. Samuel Solórzano Barruso". Además, agradecen el suministro de acero por parte de EMESA TREFILERÍA.

REFERENCIAS

- [1] Juhas, M.C., Bernstein, I.M., "Effect of prestrain on the mechanical properties of eutectoid steel", *Metall. Trans.* **14A**, pp. 1379-1388, 1983.
- [2] Yu, S.R., Yan, Z.G., Cao, R., Chen, J.H., "On the change of fracture mechanism with test temperature", *Engng. Fracture Mech.* **73**, pp. 331-347, 2006.
- [3] Wetscher, F., Stock, R., Pippan, R., "Changes in the mechanical properties of a pearlitic steel due to large shear deformation", *Mater. Sci. Engng. A* **445-446**, pp. 237-243, 2007.
- [4] Toledano, M., Toribio, J., "Influencia del proceso de fabricación sobre la tenacidad de fractura de aceros perlíticos trefilados", *Anales de Mecánica de la Fractura* **15**, pp. 419-424, 1998.
- [5] Astiz, M. A., Valiente, A., Elices, M., Bui, H.D., "Anisotropic fracture behaviour of prestressing steels", Life assessment of dynamically loaded materials and structures ECF 5, pp. 385-393, 1985.
- [6] Toribio, J., Valiente, A., "Approximate evaluation of directional toughness in heavily drawn pearlitic steels", *Mater. Lett.* **58**, pp. 3514-3517, 2004.
- [7] Toribio, J., Valiente, A., "Failure analysis of cold drawn eutectoid steel wires for prestressed concrete", *Engng. Failure Anal.* **13**, pp. 301-311, 2006.
- [8] Alexander, D.J., Bernstein, I.M., "The cleavage plane of pearlite", *Metall. Trans.* **13A**, pp. 1865-1868, 1982.
- [9] Park, Y.J., Bernstein, I.M., "The process of crack initiation and effective grain size for cleavage fracture in pearlitic eutectoid steel", *Metall. Trans.* **10A**, pp. 1653-1664, 1979.
- [10] Fernández-Vicente, A., Carsí, M., Peñalba, F., Taleff, E., Ruano, O.A., "Toughness dependence on the microstructural parameters for an ultrahigh carbon steel (1.3 wt.%C)", *Mater. Sci. Engng. A* **335**, pp. 175-185, 2002.
- [11] Toribio, J., Ayaso, F.J., "Anisotropic fracture behaviour of cold drawn steel: a materials science approach", *Mater. Sci. Engng. A* **343**, pp. 265-272, 2003.
- [12] Toribio, J., Ayaso, F.J., "Fracture performance of progressively drawn pearlitic steel under triaxial stress states", *Mater. Sci. Engng. A* **37**, pp. 707-717, 2001.
- [13] Singh, U.P., Banerjee, S., "On the origin of pop-in crack extension", *Acta Metall. Mater.* **39**, pp. 1073-1084, 1991.
- [14] González, B., Matos, J.C., Ayaso, F.J., Toribio, J., "Análisis micro- y macroscópico de la fractura anisótropa en aceros eutectoides progresivamente trefilados", *Anales de Mecánica de la Fractura* **24**, pp. 111-116, 2007.
- [15] Shin, C.S., Cai, C.Q., "Experimental and finite element analyses on stress intensity factors of elliptical surface crack in a circular shaft under tension and bending", *Int. J. Fracture* **129**, pp. 239-264, 2004.
- [16] Amestoy, M., Bui, H.D., Dang Van, K., "Analytic asymptotic solution of the kinked crack problem", *Advances in Fracture Research-ICF5* (D. Francois, Ed.). Pergamon Press, Oxford, pp. 107-113, 1981.

CARACTERÍSTICAS MECÁNICAS DE LA ALEACIÓN Ti-36wt%Nb-2wt%Ta-3wt%Zr

G. Salmi, A. Muñoz, M. A. Monge, T. Leguey and R. Pareja
Departamento de Física, Universidad Carlos III de Madrid, 28911 Leganés, Spain

RESUMEN

El comportamiento mecánico de una aleación Ti-36 wt %Nb-2 wt %Ta-3 wt %Zr obtenida por aleado mecánico y consolidación por *hot isostatic pressing* se ha investigado en el rango de temperaturas comprendido entre 295-973 K, mediante ensayos de tracción hasta fractura. La aleación después de ser forjada a 1373 K resultó ser estable y estar compuesta de una matriz β con un alto contenido de fase α . Esta aleación es completamente frágil hasta 773 K, pero a 973 K muestra un comportamiento dúctil. Los análisis microscópicos revelan que la fractura frágil se inicia en la fase α , mientras en la matriz β se tienen evidencias de deformación plástica. El comportamiento dúctil de la aleación a altas temperaturas parece ser debido a un cambio en el mecanismo de fractura, que deja de ser transgranular y por exfoliación en la fase α .

ABSTRACT

The mechanical behaviour of an Ti-36 wt %Nb-2 wt %Ta-3 wt %Zr alloy prepared by mechanical alloying and consolidation by hot isostatic pressing was investigated through the temperature range 295-973 K, by means of tensile tests up to fracture. The obtained alloy after being forged resulted in a stable $\alpha+\beta$ alloy. It exhibited a brittle behaviour up to 773 K. However, the alloy became ductile at 973 K. The microscopic analyses revealed that the brittle fracture was initiated in the α phase by a cleavage mechanism, while evidence for dimple rupture appeared in the β matrix. The ductile behaviour at high temperature may be due to a transition in the fracture mechanism from transgranular by cleavage to intergranular in the α phase.

Palabras claves: Aleaciones de Ti; HIP; fractura frágil.

1. INTRODUCCION

Recientemente, se han desarrollado un grupo de aleaciones β meta-estable de Ti, llamadas *Gum Metal*, compuestas por elementos de los grupos IVB y VB más oxígeno con características multifuncionales; concretamente Ti-Nb-Ta-Zr-O y Ti-Ta-Nb-V-Zr-O [1-4]. Estas aleaciones se han producido sinterizando en vacío polvo aleado mecánicamente, seguido de sucesivos procesos de forjado y laminado en caliente y un tratamiento mecánico final en frío. Sus propiedades multifuncionales están basadas en su módulo elástico pequeño, resistencia mecánica muy alta, super elasticidad y super plasticidad a temperatura ambiente, y comportamiento simultáneo *invar* y *elinvar* (expansión térmica muy pequeña y módulo elástico constante, respectivamente, en un amplio rango de temperaturas). Además, podrían presentar una baja emisión de electrones secundarios bajo irradiación ionizante. Esta combinación de propiedades convierte a estas aleaciones en los materiales ideales para aplicaciones estructurales y la fabricación de instrumentos que funcionen bajo condiciones adversas como puede ser en el espacio exterior [5]. Además, estas nuevas aleaciones tienen una gran resistencia a la corrosión, son más biocompatibles y tienen un módulo

elástico más pequeño que las aleaciones de Ti empleadas actualmente en implantes biomédicos, como la aleación Ti-6Al-4V. La combinación de todas las propiedades mencionadas hace de estas aleaciones un excelente biomaterial.

Sin embargo, estas aleaciones presentan el inconveniente de la complejidad de su proceso de fabricación y tratamientos termo-mecánicos que se han de aplicar hasta lograr las mencionadas propiedades mecánicas después de ser finalmente deformadas en frío. Por otra parte, el origen de las *super* propiedades mecánicas de estas aleaciones no está completamente explicado. Se ha sugerido que puede estar ligado a la acumulación discreta de energía elástica a escala nanométrica, a la formación de una distribución uniforme de aglomerados de pares de átomos Zr-O, y al hecho de que la deformación plástica del material no se realice mediante un mecanismo de deslizamiento de dislocaciones. Por tanto, la búsqueda de procesos más simple de fabricación de estas aleaciones, y un conocimiento de su mecanismo de deformación es crucial para el desarrollo y aplicación del denominado *Gum Metal*.

Nos hemos planteado la producción de *Gum Metal* por una ruta alternativa a la empleada anteriormente

consistente en aleado mecánico, *hot isostatic pressing* (HIP) en lugar de sinterizado convencional en vacío, forjado, y extrusión angular, en lugar de laminación en frío o *swaging*. El propósito del presente trabajo ha sido la preparación de estas aleaciones, y su caracterización mecánica y microestructural previa al tratamiento final de deformación en frío que induce las excelentes propiedades mecánicas invocadas. El objetivo es encontrar las condiciones óptimas de preparación de una aleación β estable de partida que puedan ser tratadas hasta lograr las propiedades mecánicas que se han atribuido a estas aleaciones.

2. MÉTODO EXPERIMENTAL

La aleación con composición nominal Ti-36Nb-2Ta-3Zr (wt %) se preparó mediante aleado mecánico y consolidación por HIP a partir de polvos elementales de alta pureza. El aleado mecánico se realizó en un molino de tipo *attritor* bajo una atmósfera de Ar. El aleado se inició aleando la carga correspondiente de Nb-Ta-Zr durante 3 h usando una relación de masa bolas-polvo de 66/1. La cantidad de Ti requerida hasta alcanzar la composición deseada de Ti se añadió en tres pasos deteniendo la molienda cada 140 min. Después de esto la relación final de masa bolas-polvo era de 27:1, y la molienda se continuó durante 9.5 h. La velocidad de la molienda se variaba cíclicamente entre ~ 25 y 200 rpm. Mediante el proceso descrito se evitaba en gran medida la adherencia del Ti a las paredes del molino. Las medidas de difracción de rayos X en el polvo aleado no mostraban evidencia de la presencia de fase α en el polvo.

El polvo, ~ 235 g, se encapsuló en un cilindro de acero 304 y se desgasificó a 600 K durante ~ 5 h en vacío. Después el cilindro se selló en vacío y se sometió a un ciclo de HIP en Ar a 193 MPa y 1273 K durante 3 h. El material encapsulado se forjó a ~ 1370 K hasta una reducción de espesor de ~ 40 %. Se cortaron mediante electro-erosión probetas planas para ensayos de tracción con sus ejes paralelos y perpendiculares a la dirección de forjado (20 mm de longitud calibrada y 1 mm de espesor). Dos lotes de probetas, antes de ser ensayadas y analizadas, se sometieron a un tratamiento de homogeneización de 30 min en vacío ($\sim 10^{-4}$ Pa) a 1123 K, o bien a un templeado desde 1273 K en salmuera a ~ -263 K. En este caso el tratamiento se realizó con las muestras en ampollas de cuarzo conteniendo Ar.

Los ensayos de tracción hasta fractura se realizaron en una máquina Shidmazu AG-I a una velocidad de desplazamiento de 0.1 mm/min o 0.5 mm/min. Las probetas se ensayaron a temperaturas de 295, 600, 773 y 973 K en flujo de Ar. La aleación después de los tratamientos y de los ensayos de tracción se analizó mediante microscopía óptica con luz polarizada y microscopía electrónica de barrido (SEM).

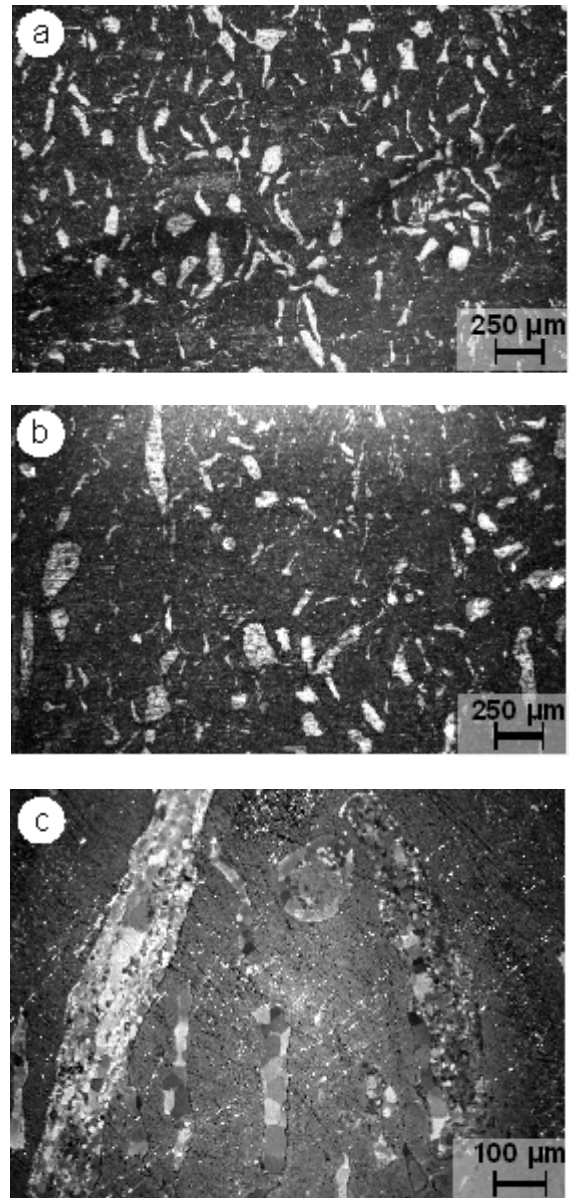


Figura 1. Micrografías obtenidas con luz polarizada mostrando la presencia de abundantes regiones en fase α (contraste claro) en Ti-36Nb-2Ta-3Zr: a) forjado; b) forjado + homogeneizado a 1123 K; c) forjado K.

3. RESULTADOS Y DISCUSIÓN

3.1. Microestructura

La microestructura de la aleación consolidada tras el forjado, o los tratamientos de homogeneización y templeado, muestra invariablemente un alto contenido de fase α según revelan los análisis microscópicos con luz polarizada. En la figura 1 se muestran imágenes de la microestructura después de los tratamientos. La aleación forjada resulta en un matriz β conteniendo una alta fracción de áreas en fase α . No se han apreciado cambios significativos en la microestructura como resultado de los tratamientos de homogeneización y

templado. En todos los casos, las áreas en fase α eran frecuentemente de forma alargada en el plano normal a la dirección del forjado, y formadas por granos equiaxiales con una distribución de tamaños bimodal cuyos tamaños medios de grano se han estimado entre 2-3 μm y 20-40 μm . La tabla 1 muestra la composición típica de la matriz β y de las regiones en fase α obtenidas del análisis de los espectros de dispersión de energía (EDS).

Tabla 1. Composición química de las fases presentes en la aleación.

Elemento	Matriz β	Fase α
Ti	60.4	95.6
Nb	35.2	3.1
Ta	2.4	0.5
Zr	2.0	0.8

Estos análisis nos muestran que la composición de la aleación se coincide con la deseada, considerando el intervalo de incertidumbre en la determinación de la composición.

3.2. Caracterización mecánica

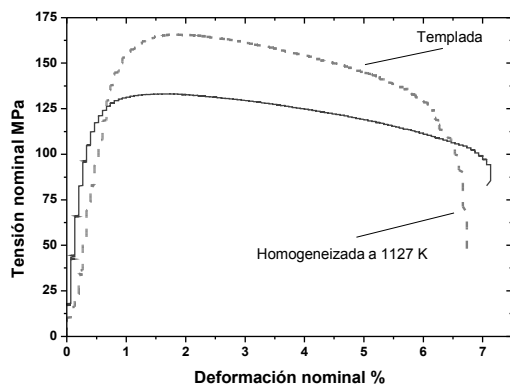


Figure 2. Curvas de tensión-deformación representativas del comportamiento en tracción de la aleación Ti-36Nb-2Ta-3Zr a 973 K a una velocidad de 0.5 mm/min.

La aleación tras el forjado resultó ser completamente frágil a temperatura ambiente siendo la tensión y elongación de fractura típicamente 370 MPa y 0,5 %. Ni el recocido de homogeneización a 1123 K, ni el templado desde 1273 K mejoran las características mecánicas de la aleación a temperatura ambiente. En el caso del templado, la tensión de fractura se elevó a ~430 MPa. Hasta 773 K, la fractura también se producía en la zona elástica. Sin embargo a 973 K, la aleación se

deforma plásticamente mostrando las curvas de tensión-deformación evidencias de deformación no uniforme según se muestra en la figura 2. El templado producía una resistencia mecánica mayor que el simple recocido a 1123 K. La aleación templada mostraba tensiones últimas entre 150 y 170 MPa y elongaciones de fractura del ~6.8 %, frente a tensiones de 100 a 130 MPa y elongaciones del ~7 % para la aleación recocida a 1123 K.

3.2. Fractura

Las observaciones microscópicas muestran evidencias de que la fractura no se inicia en la matriz sino en el interior de la fase α , independientemente del tratamiento y de la temperatura de la muestra. No aparecen evidencias de decohesión entre la matriz y la fase α . La figura 3 muestra las grietas formadas en una probeta deformada a 927 K en una zona alejada de la superficie de fractura.

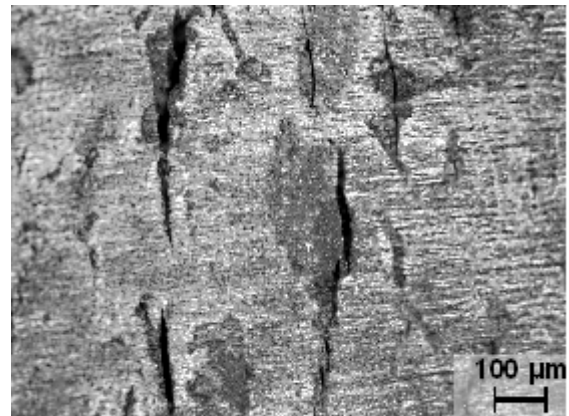
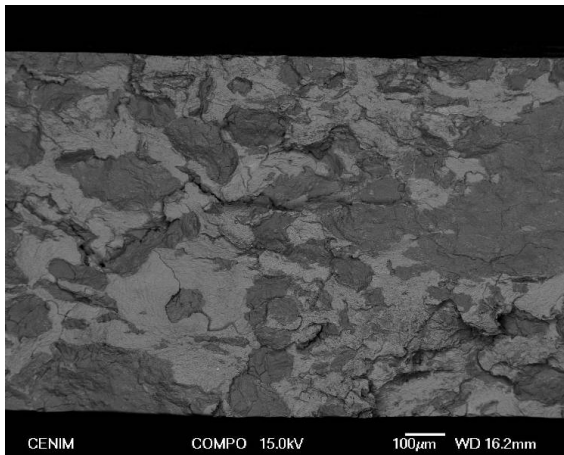
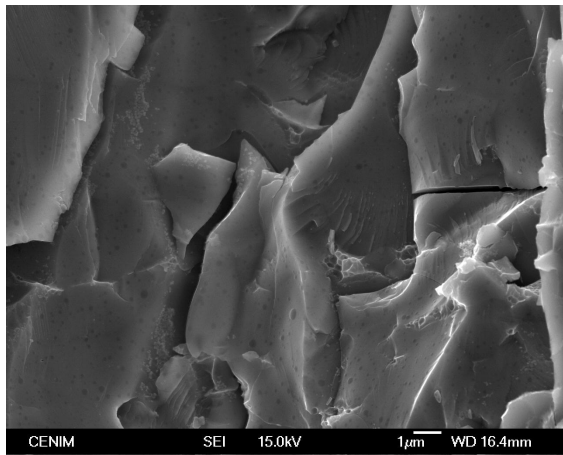


Figura 3. Muestra templada y deformada a 927 K.

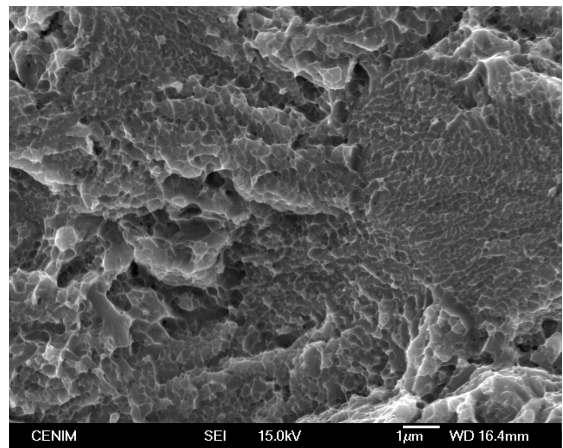
Las imágenes de SEM de las superficies de fractura de la aleación después de los distintos tratamientos se muestran en las figuras 4, 5 y 6. La figura 4a muestra una imagen o de la superficie de fractura obtenida con electrones retrodispersados. Las zonas de contraste más oscuro corresponden a la fase α . Se puede apreciar que las grietas secundarias transversales a la superficie de fractura se localizan en la fase α . Las imágenes con electrones secundarios, mostradas en las figuras 4b y 5a evidencian además que la fractura en la fase α es frágil, y transgranular mediante un mecanismo de exfoliación, al menos hasta 600 K. Tanto a temperatura ambiente como a 600 K, la fractura en la matriz β muestra evidencias de ser dúctil según revelan los abundantes *dimples* observados, ver figuras 4c y 5b.



a)



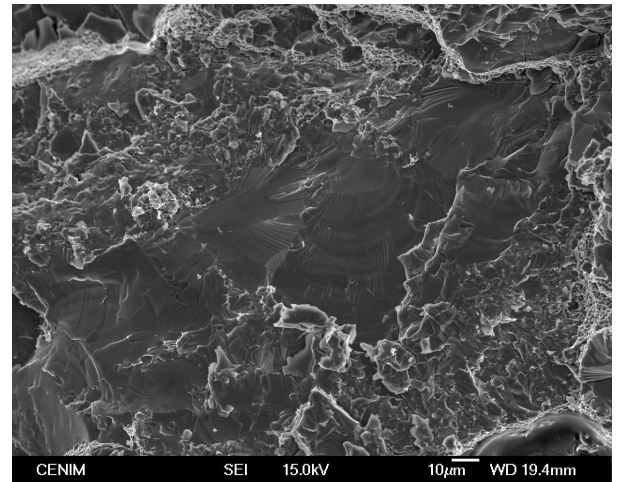
b)



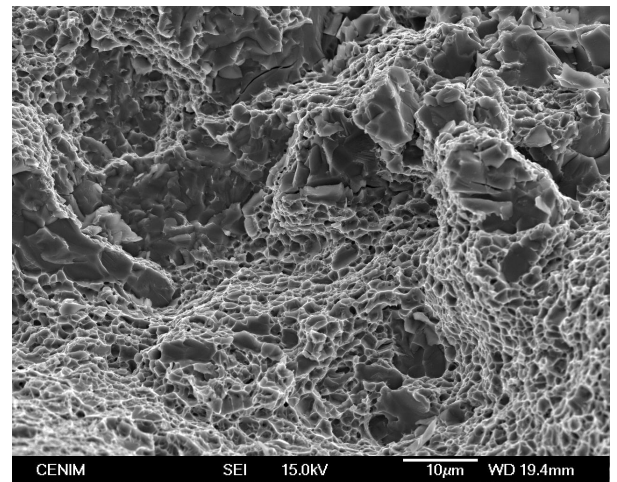
c)

Figura 4. Imágenes de SEM mostrando las superficie de fractura de la aleación Ti-36Nb-2Ta-3Zr forjada y deformada a temperatura ambiente. a) Vista general obtenida con electrones retrodispersados mostrando la distribución de fases; las zonas oscuras corresponden a la fase α . b) Imagen de electrones secundarios mostrando la superficie de fractura en la fase α . c) Imagen de electrones secundarios mostrando los dimples de la fractura en la matriz β .

Las características de la fractura a 600 K son semejantes a las observadas a temperatura ambiente pero el tamaño de los *dimples* es un orden de magnitud más grande. El área central de la figura 5a muestra claramente los planos y escalones de exfoliación en la fase α . En la figura 5b se aprecian la formación generalizada de *dimples* en la matriz β y los planos de fractura en las pequeñas áreas de fase α inmersas en la matriz; es evidente la presencia de grietas secundarias en estas áreas y su ausencia en la matriz.



a)

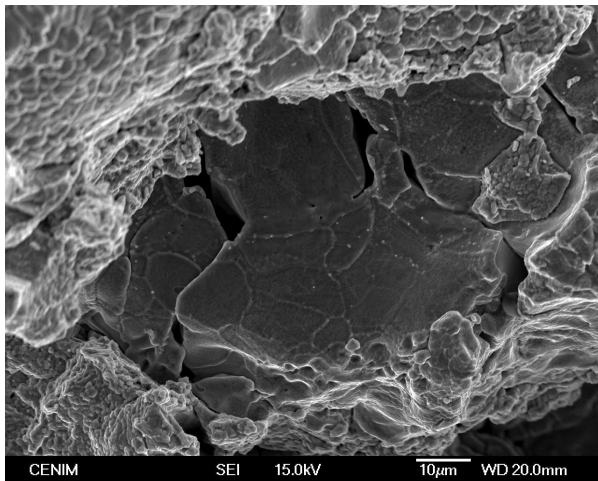


b)

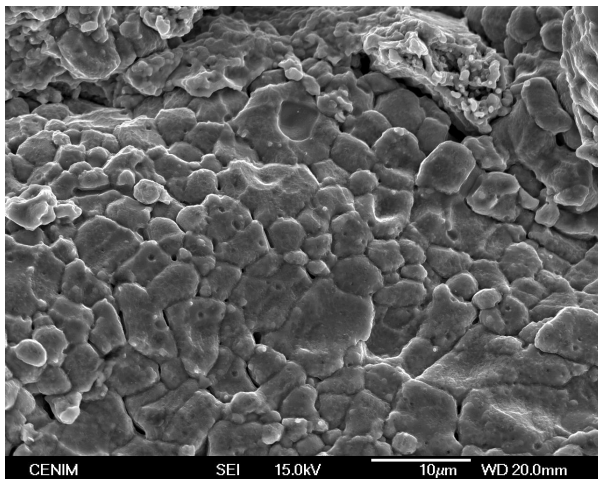
Figura 5. Imágenes de electrones secundarios mostrando la superficie de fractura de la aleación Ti-36Nb-2Ta-3Zr templada a 1273 K y deformada a 600 K. a) Planos y escalones de exfoliación en la fase α . b) Dimples en la matriz β y grietas secundarias en la fase α .

La superficie de fractura en las muestras deformadas a 973 K muestran cambios cualitativos respecto a la observada en las fracturas a temperatura ambiente y 600 K, según revelan las micrografías mostradas en la figura 6. Ahora el mecanismo de fractura por exfoliación no es tan evidente en la fase α , siendo aparente en estas zonas un posible mecanismo de

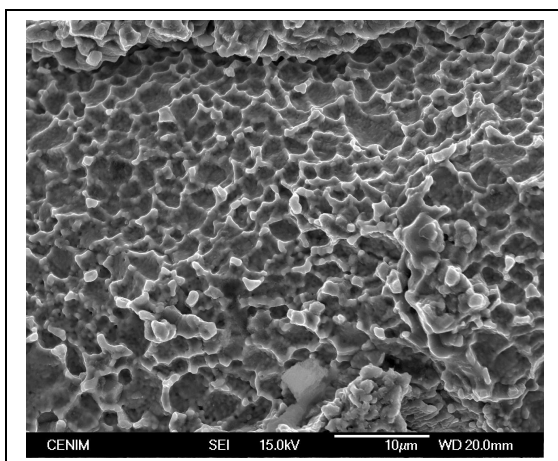
fractura intergranular con frecuente formación de cavidades en las uniones entre tres grano, según pude apreciarse en la figuras 6a y 6b.



a)



b)



c)

Figura 6. Imágenes de electrones secundarios de la superficie de fractura de aleación Ti-36Nb-2Ta-3Zr templada a 1273 K y deformada a 973 K. a) y b) muestran detalles de la fractura en la fase α . b) dimples en la matriz.

4. CONCLUSIONES

Los resultados demuestran que la presencia de la fase α causa la fractura frágil de la aleación en la zona lineal de las curvas de tensión-deformación, hasta temperaturas tan altas como 773 K. No obstante, la fractura en la matriz β es dúctil. A 973 K la aleación muestra cierta ductilidad siendo ahora la fractura en la fase α aparentemente intergranular.

La fase α que aparece en la aleación forjada no se consigue eliminar mediante un tratamiento de homogeneización por encima de la temperatura de transición α - β seguida por un templeado. Sin embargo, el polvo aleado mecánicamente resultaba en fase β . Por tanto, la consolidación del polvo mediante HIP y el posterior forjado causan la transformación irreversible de la aleación β metastable a una aleación α + β estable que no puede ser transformada de nuevo a fase β mediante templeado.

La falta de estabilidad de la aleación β obtenida por la presente técnica puede atribuirse al bajo contenido de Zr en la composición de partida. De acuerdo con los resultados publicados para el sistema Ti-Nb-Ta-Zr, la adición de Zr inhibe la precipitación de la fase ω precursora de la transformación α → β durante el enfriamiento y rebaja la temperatura de la transición martensítica, favoreciendo la estabilización de la fase β [6]. Nuevos experimentos deberían de llevarse a cabo con un mayor contenido de Zr y Ta en el polvo de partida para elucidar si mediante HIP y forjado puede obtenerse una aleación β de partida suficiente estable para producir Gum Metal.

Por último se debe indicar que el origen de la fragilidad de la fase α en esta aleación no está claro. Los análisis de las muestras mediante microscopía electrónica de transmisión podrían revelar su origen.

AGRADECIMIENTOS

Este trabajo ha sido financiado por la Dirección General de Investigación del MEC a través del proyecto MAT2004-1819, y por la Dirección General de Universidades e Investigación de la Comunidad de Madrid mediante el programa ESTRUMAT-CM (MAT/77).

REFERENCIAS

- [1] T. Saito, T. Furuta, J. H. Hwang, S. Kuramoto, K. Nishino, N. Suzuki, R. Chen, A. Yamada, K. Ito, Y. Seno, T. Nonaka, H. Ikehata, N. Nahasako, C. Iwamoto, Y. Ikuhara and T. Sakuma, *Multifunctional alloys obtained via a dislocation-free plastic deformation mechanism*, Science (2003) 464–467.

- [2] J. Hwang, S. Kuramoto, T. Furuta, K. Nishino and T. Saito, *Phase-stability dependence of plastic deformation behavior in Ti-Nb-Ta-Zr-O alloys*, J. Mater. Eng. Perf. 14 (2005) 747-754.
- [3] S. Kuramoto, T. Furuta, J. H. Hwang, K. Nishino and T. Saito, *Plastic deformation in a multifunctional Ti-Nb-Ta-Zr-O alloy*, Metall. Mater. Tran. A 37 (2006) 657-662.
- [4] S. Kuramoto, T. Furuta, J. H. Hwang, K. Nishino and T. Saito, *Elastic properties of Gum Metal*, Mater. Sci. Eng. A 442 (2006) 454-457.
- [5]. R. J. Talling, M. Jackson, R. Dashwood, L. Iannucci and D. Dye, *Deformation of Ti-36Nb-2Ta-3Zr-0.3O (Gum Metal) and applications to morphing wings*, 2nd SEAS DTC Technical Conference Proceedings, 10 – 11 July, Edinburg 2007, C15.
- [6]. X. Tang, T. Ahmed and H. J. Rack, *Phase transformations in Ti-Nb-Ta and Ti-Nb-Ta-Zr alloys*, J. Mater. Sci. 35 (2000) 1805-1811.

ENSAYOS DE TRACCIÓN EN ALEACIONES DE TITANIO PULVIMETALURGICAS DE BAJO COSTE

P.G Esteban, L. Bolzoni, E.M. Ruiz-Navas, E.Gordo¹

¹ Departamento de Ciencia e Ingeniería de Materiales e Ingeniería Química
Universidad Carlos III de Madrid
Avda. de la Universidad 30,
28911 Leganés, Madrid, España
E-mail: pgesteba@ing.uc3m.es

RESUMEN

El desarrollo de aleaciones de Ti de bajo coste se puede abordar desde el punto de vista de la reducción del coste del material y/o del coste de procesado. Una forma de reducir el coste del material es utilizar aleantes estabilizadores de la fase beta como el Fe o el Cr en sustitución del V, mientras que la reducción del coste de procesado sería posible gracias a la aplicación de técnicas “near-net-shape” como la pulvimetalurgia. En este trabajo se combinan ambos aspectos estudiando la fabricación de aleaciones Ti-xFe mediante técnicas pulvimetalúrgicas. Concretamente se presentan algunos resultados de ensayos de tracción realizados con varias composiciones, y se relaciona el resultado con el estudio microestructural y condiciones de procesado.

ABSTRACT

The development of low-cost Titanium alloys can be tackled by reducing the cost of the raw materials and/or reducing processing costs. Material savings can be performed replacing V by additions of other beta-phase stabilizers as Fe and Cr, while reducing processing costs are possible due to the use of near-net-shape techniques as Powder Metallurgy. Both aspects have been combined in this work, in which Powder Metallurgy has been applied to manufacture Ti-xFe alloys. Tensile results of some compositions are presented in this work, which relate the results with the microstructures and processing conditions of the materials.

PALABRAS CLAVE: Titanio, aleaciones de bajo coste, pulvimetalurgia.

1. INTRODUCCIÓN

El titanio se considera un metal excepcional por poseer tres características que le diferencian de otros metales[1,2]:

- Tiene una baja densidad (4,5 g/cm³), siendo un 40% más ligero que el hierro.
- Es el metal estructural con mayor resistencia específica, es decir, que para una determinada aplicación es el metal más eficiente en peso/volumen, necesitando un menor peso para el componente en relación al que sería necesario para el mismo componente realizado en acero, o incluso menor que elementos más ligeros como el aluminio o magnesio. De esta manera el Ti es el metal que mayor tensión puede soportar en relación a su peso. Entre todos los metales se puede considerar al Ti como el metal óptimo en cuanto a eficiencia estructural.
- El titanio tiene una excelente resistencia a corrosión, haciéndolo apto para su aplicación en entornos

agresivos. Tal resistencia le confiere la propiedad de biocompatibilidad [3], es decir, es apto para ser empleado en prótesis médicas para la sustitución de tejidos óseos.

A pesar de que las propiedades mecánicas y la estabilidad química del titanio son superiores a las del hierro o el aluminio, actualmente el titanio es un metal poco empleado en la industria del automóvil debido a su alto coste. El titanio es empleado principalmente en la industria aeronáutica y aeroespacial, donde la necesidad de materiales con propiedades excepcionales, el alto rendimiento de los sistemas y el alto valor de los productos justifican el coste del material. También las industrias militar y deportiva asumen el coste del titanio argumentando el incremento de prestaciones que obtienen con el empleo del mismo con respecto a otros materiales.

En los próximos años se prevé que el precio del titanio experimente un descenso continuo debido a la aparición de nuevos métodos electrolíticos de obtención que disminuyen notablemente el precio del metal (*proceso*

FFC-Cambridge) [4,5]. La producción de titanio parece que experimentará un gran aumento de volumen tal como sucedió años atrás con el aluminio tras la aparición del método electrolítico para su obtención (proceso Hall-Héroult), que permitió popularizar el uso del aluminio.

La industria del automóvil está expectante a la bajada de precios del titanio, siendo un potencial consumidor del mismo y con un volumen de consumo capaz de estabilizar el precio del titanio, a día de hoy marcado por los ciclos económicos de la industria aeronáutica. Las excelentes propiedades del titanio mencionadas anteriormente permitirán una disminución de peso en los vehículos, siendo más eficientes energéticamente al necesitar una menor cantidad de combustible para su funcionamiento [6].

Además de la disminución de los costes del titanio debido a la mejora de sus procesos de extracción, pueden obtenerse economías de escala mediante el uso de procesos como la pulvimetalurgia [7]. La pulvimetalurgia es una técnica de fabricación empleada habitualmente en el sector de automoción para la fabricación de ciertos componentes. Entre algunas ventajas de la pulvimetalurgia destacan los bajos costes de producción, baja generación de residuos, posibilidad de fabricación de materiales con propiedades mejoradas con respecto a otros procesos de fabricación, y producción de materiales con forma final, eliminando costes, tiempos y desperdicios de mecanizado.

El presente trabajo estudia el desarrollo de aleaciones alfa-beta de titanio mediante técnicas pulvimetalúrgicas, profundizando en las aleaciones que pudieran tener interés para la industria del automóvil [8,9], y en aquellas en las que el titanio presente dificultad para ser procesado mediante otros métodos de fabricación, o bien se obtenga una clara ventaja mediante el uso de técnicas pulvimetalúrgicas. Para ello se emplea el elemento hierro como estabilizador de la fase beta, sustituyendo el Vanadio de las aleaciones convencionales de titanio.

2. PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL

En Tabla 1 se muestran algunas características de los polvos empleados para la fabricación de las muestras.

Tabla 1: Características de los polvos de partida

	Polvo	Proveedor	Tamaño medio de partícula $[\mu\text{m}]$	Tamaño máximo de partícula $[\mu\text{m}]$
Polvo base de Titanio	Ti(HDH)	GFE	50	125
Adiciones de Hierro	Fe ASC100.29	Höganäs	100	300
	Fe Carbonilo	ECKA	9	50
	Fe-25Ti	LSM	25	100

Los materiales ensayados se muestran en la Tabla 2. Se han dividido en dos grupos: el material base de Ti con un 99.7% de pureza y las aleaciones de Ti con Fe.

Tabla 2: Materiales ensayados

	Material ensayado	Nombre Abreviado
Material base	Ti(HDH)	Ti(HDH)
Aleaciones	Ti(HDH)-xFe(ASC100.29)	Ti-xFe(ASC)
	Ti(HDH)-xFe(Carbonilo)	Ti-xFe(Carb)
	Ti(HDH)-xFe(Fe-25Ti)	Ti-xFe(Fe-25Ti)

Tras la etapa de mezcla, los polvos fueron compactados mediante prensado uniaxial para obtener probetas de tracción con la geometría y dimensiones especificadas en la norma MPIF 10. Las temperaturas de sinterización de los materiales han sido 1100°C, 1200°C y 1300°C, empleando un ciclo de sinterización con meseta de 60 minutos y rampas de calentamiento y enfriamiento de 5°C/min.

El cálculo de porosidad total de los materiales se ha realizado a partir de la medida de densidad que proporciona el método de Arquímedes, por inmersión de las muestras en agua previamente sellando las mismas con laca de densidad conocida. La diferencia porcentual de densidad respecto a la densidad teórica de los materiales completamente densos proporciona una medida de la porosidad de los materiales.

Las condiciones del ensayo de tracción se ajustan a la norma de ensayo de tracción de materiales metálicos UNE 7474-92. La velocidad de desplazamiento seleccionada en el ensayo fue de 1 mm/min.

El análisis de la fractura se ha realizado sobre las muestras que mejores resultados han obtenido en cada familia de materiales en el momento de publicar los resultados.

El estudio microestructural y de las superficies de fractura se realizó mediante microscopía electrónica de barrido. Para la preparación microestructural se empleó el ataque Kroll con el fin de revelar la microestructura del Ti.

3. RESULTADOS Y DISCUSIÓN

Los valores de porosidad interna residual de los materiales sinterizados a distintas temperaturas se muestran en la Figura 1. Se observa que en todos los materiales se produce una disminución de porosidad con el aumento de temperatura de sinterización. Los materiales realizados con ASC100.29 presentan los valores de porosidad más elevados, mientras que los materiales realizados con Fe carbonilo y ferroaleación Fe-25Ti son los más densos. Sin embargo las propiedades mecánicas obtenidas no en todos los casos parecen estar relacionadas con la porosidad de los

materiales. Los resultados de resistencia a tracción (UTS) de los materiales ensayados se muestran en la Figura 2. En general no se observan cambios notables en la resistencia en función de la temperatura de sinterización debido a la alta variabilidad de los resultados. Respecto al tipo de material, los realizados con Fe carbonilo alcanzan mayores valores de resistencia con respecto a los demás materiales. Dentro de los materiales Ti-xFe(Carbonilo), los sinterizados a 1200°C son los que mayor valor de resistencia presentan, junto con la menor variabilidad.

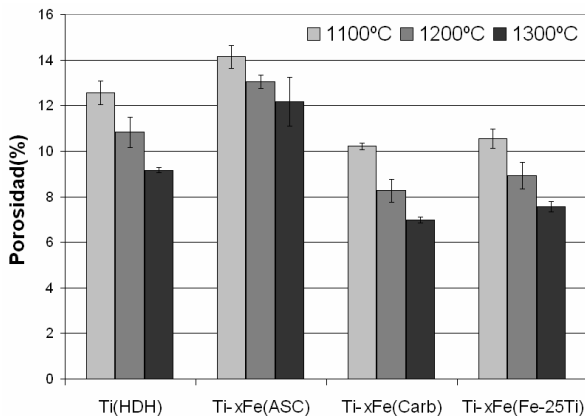


Figura 1: Valores de porosidad residual de los materiales procesados a distintas temperaturas.

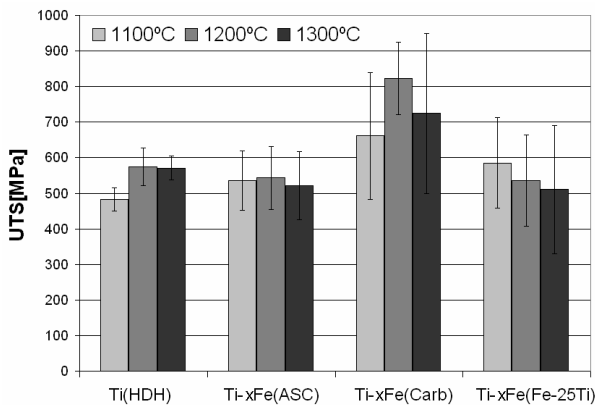


Figura 2: Valores de resistencia obtenidos en el ensayo de tracción para todos los materiales procesados a distintas temperaturas.

Respecto a los valores de deformación obtenidos en los ensayos de tracción, se ha encontrado una alta variabilidad de resultados, especialmente en los materiales que han presentado los valores más elevados (ver Figura 3). El material base Ti(HDH) presenta valores de deformación medios cercanos al 5%, seguido por la familia realizada mediante adiciones de Fe carbonilo, con un 2% de deformación. La alta variabilidad de los datos obtenidos revela una baja reproducibilidad de resultados en los dos casos. Las familias realizadas con Fe ASC100.29 y ferroaleación Fe-25Ti presentan valores de deformación inferiores, en torno al 1%, siendo en este caso muy acotada la variabilidad de resultados, por lo que en estas familias los resultados de deformación obtenidos sí son estables.

La alta variabilidad de los resultados obtenidos es consecuencia del alto grado de porosidad residual de los materiales. La optimización del proceso de fabricación de los materiales puede contribuir a reducir notablemente esta variabilidad así como mejorar los valores máximos de tensión y deformación actualmente obtenidos. Una de las mejoras del proceso que podría servir para estabilizar las propiedades de los materiales es la optimización de la etapa de prensado, ajustando la distribución de tamaño de partícula del material base para obtener materiales más densos desde la primera etapa del proceso pulvimetalúrgico.

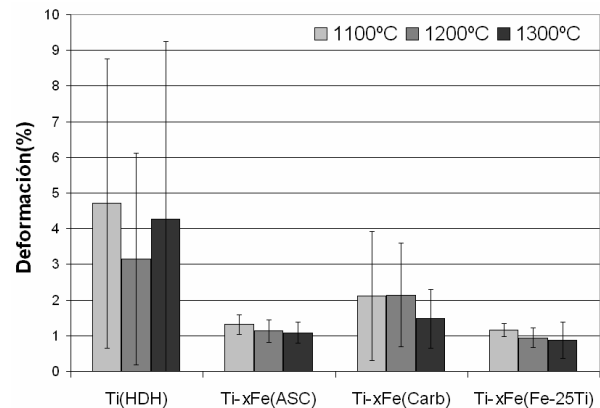


Figura 3: Valores de deformación obtenidos en el ensayo de tracción para todos los materiales procesados a distintas temperaturas.

Para entender mejor el diferente comportamiento de cada tipo de material, se han seleccionado los materiales que han presentado las mejores propiedades mecánicas en cada familia. De esta manera se comparan las familias en base a los resultados óptimos obtenidos hasta la fecha. En la Figura 4 se muestran las curvas tensión-deformación de los materiales seleccionados. Se observan tres comportamientos distintos dependiendo de las familias. El material más tenaz es el material base Ti(HDH), con una resistencia moderada pero con la mayor deformación. El material realizado con Fe carbonilo presenta una tenacidad intermedia gracias a una resistencia que casi duplica la del Ti(HDH) y con un inicio de deformación plástica previo a la rotura. Los materiales obtenidos con Fe ASC100.29 y Fe-25Ti son los más frágiles, con resistencias intermedias pero deformaciones muy bajas, sin llegar a presentar zona de forma plástica en las curvas. Estos dos materiales aparentemente rompen de forma catastrófica sin apenas producirse deformación, mientras que el Ti(HDH) tiene un comportamiento dúctil. El material realizado con Fe carbonilo se encuentra en una situación intermedia.

En la Tabla 3 se detallan los valores de porosidad, resistencia y deformación de los materiales seleccionados. El material base Ti(HDH) al no estar aleado presenta un comportamiento dúctil respecto a las aleaciones. Por otro lado las aleaciones Ti-xFe han presentado un comportamiento muy diferente, sin que el volumen de porosidad parezca ser el único factor que determine las propiedades finales de los materiales.

Como puede observarse, los materiales presentan porosidades mayores al 7% en todos los casos seleccionados.

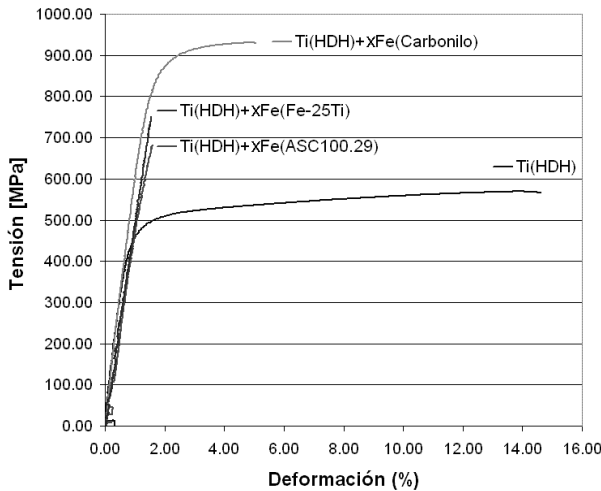


Figura 4: Curvas tensión-deformación de los materiales seleccionados de las 4 familias.

Tabla 3: Datos de los materiales seleccionados

Material	Porosidad (%)	Dureza HV30	UTS (MPa)	Deform. (%)
Ti(HDH)	9.25	173	557	14
Ti+xFe(ASC)	12.93	246	682	1.61
Ti+xFe(Carb)	7.91	272	929	5.04
Ti+xFe(Fe-25Ti)	7.72	315	750	1.54

Las diferentes propiedades mecánicas obtenidas en las aleaciones Ti-xFe se deben al tipo de adición empleada en cada familia, que le confiere distinta microestructura final a los materiales. El polvo Fe ASC100.29 tienen un tamaño de partícula grande, y durante el ciclo de sinterización se produce una fase líquida que finalmente deja en los materiales una elevada cantidad de porosidad de gran tamaño de poro. Los polvos Fe carbonilo y ferroaleación Fe-25Ti, tienen partículas de pequeño tamaño que dan lugar a un tamaño de poro residual relativamente pequeño. En estos dos casos, aunque los valores de porosidad porcentual son similares, su comportamiento mecánico es muy diferente.

Para relacionar el comportamiento mecánico de los distintos materiales con las microestructuras y superficies de fractura observadas, en la Figura 5 se presenta la superficie de fractura perteneciente al material base Ti(HDH). En este caso la fractura muestra una topografía relacionada con un comportamiento dúctil, donde se ha producido deformación y desgarre. Este comportamiento es el característico del titanio puro cuando presenta bajos niveles de impurezas. En la Figura 6 se muestra la microestructura del material base, donde se observa que los únicos puntos donde pueden anclarse las dislocaciones son las fronteras entre granos alfa.

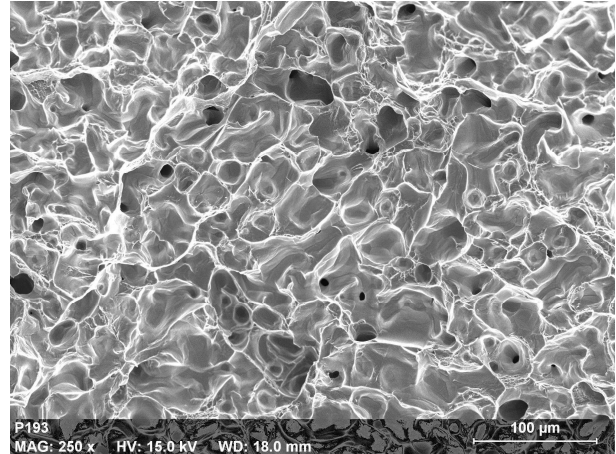


Figura 5: Fractura del material seleccionado de la familia Ti(HDH).

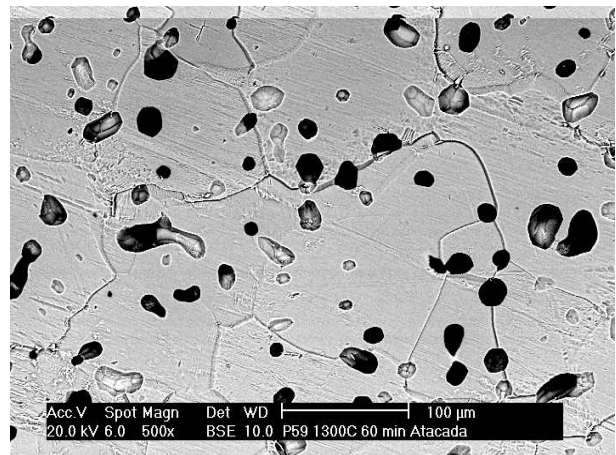


Figura 6: Microestructura del los materiales Ti(HDH).

En las superficies de fractura de los materiales aleados Ti-xFe se encuentra una topografía muy diferente. Aparecen zonas de rotura frágil, claramente relacionadas con las diferencias microestructurales que las aleaciones tienen con respecto al material base no aleado. En la Figura 7 se muestra la superficie de fractura obtenida en el material realizado con ASC100.29, donde se aprecia una zona de clivaje característica de un comportamiento frágil.

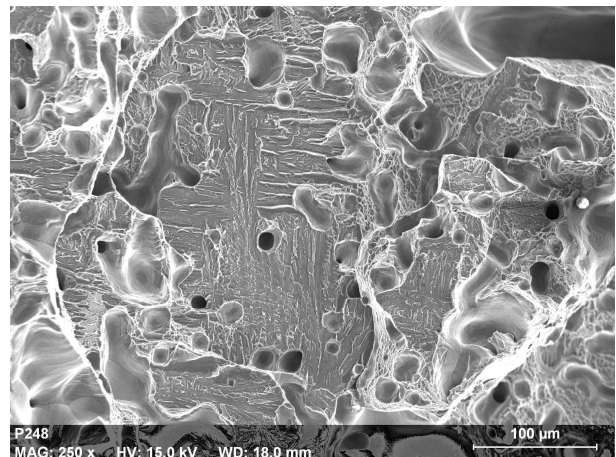


Figura 7: Fractura del material seleccionado de la familia Ti-xFe(ASC).

Las adiciones de Fe carbonilo producen una porosidad residual de menor tamaño que la encontrada en la familia realizada con ASC100.29. El tipo de fractura encontrada en las probetas realizadas con carbonilo (ver Figura 8) parece tener algunas regiones frágiles de clivaje como en el caso de la familia ASC100.29, y regiones plásticas que se asemejan a las regiones encontradas en la fractura del material base Ti(HDH). Tales regiones parecen ser las responsables de que la familia realizada con Fe Carbonilo tenga un inicio de comportamiento plástico previo a la rotura.

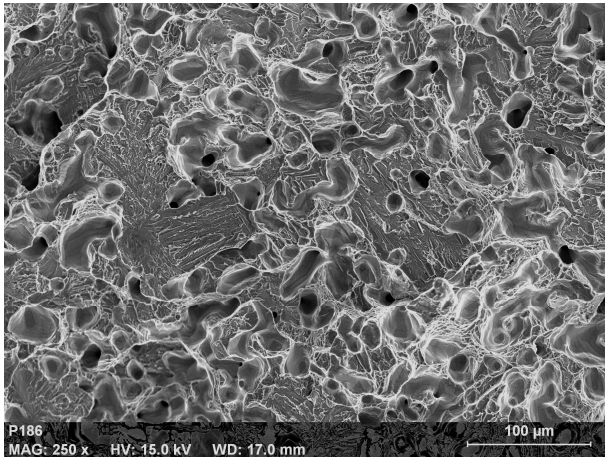


Figura 8: Fractura del material seleccionado de la familia $Ti-xFe$ (Carbonilo).

La microestructuras de las aleaciones $Ti-xFe$ son más complejas que las del material base Ti(HDH). Las aleaciones ensayadas tienen una microestructura denominada bimodal (dúplex), que consiste en granos de Ti alfa primarios en una matriz laminar alfa+beta. En la Figura 9 se muestra la microestructura de las aleaciones obtenidas con Fe carbonilo. Las microestructuras de las aleaciones obtenidas con ASC100.29 y ferroaleación Fe-25Ti son sustancialmente iguales a la mostrada. Las principales diferencias microestructurales radican en los tamaños de poro y de grano en cada caso. El tamaño de las colonias alfa+beta es el parámetro microestructural que más influencia tiene en las propiedades mecánicas de las aleaciones de Ti con microestructura bimodal [10]. El control de dicho tamaño durante el procesado puede ser una vía de optimización del material.

En el caso de las aleaciones $Ti-xFe$ el número de barreras que existen para anclar las dislocaciones es muy elevado debido a la alta densidad de fronteras alfa/beta, lo que hace que éstas presenten mayor resistencia que el titanio puro. Estas fronteras alfa/beta son regiones de concentración de tensiones e incompatibilidad de deformaciones y por tanto suelen ser sitios de nucleación de microvacíos [10].

La muestra realizada con adiciones de ferroaleación (Fe-25Ti) presenta una fractura frágil con amplias zonas de clivaje, como se observa en la Figura 10. En este caso el tamaño de partícula de las adiciones es pequeño, por lo

que no se crean poros de elevado tamaño. El comportamiento frágil de esta familia puede deberse a las impurezas introducidas en el material que provienen de la adición Fe-25Ti. Dichas impurezas representan el 0.85% del peso total de la aleación final, e incluyen Al, V y Si. Este último elemento podría contribuir a la fragilización del material por tratarse de un elemento que se segrega en las dislocaciones y previene su movimiento, fragilizando la fase alfa [2,11]. La ductilidad de las microestructuras bimodales viene determinada por la cantidad de fase alfa primaria presente en la microestructura. Por el mecanismo de distribución de elementos de aleación, los estabilizadores alfa poseen una concentración mayor en la fase alfa primaria que en la fase alfa que se encuentra en la región laminar [10]. La concentración de impurezas de Al y Si en la fase alfa primaria podría por tanto fragilizar el material.

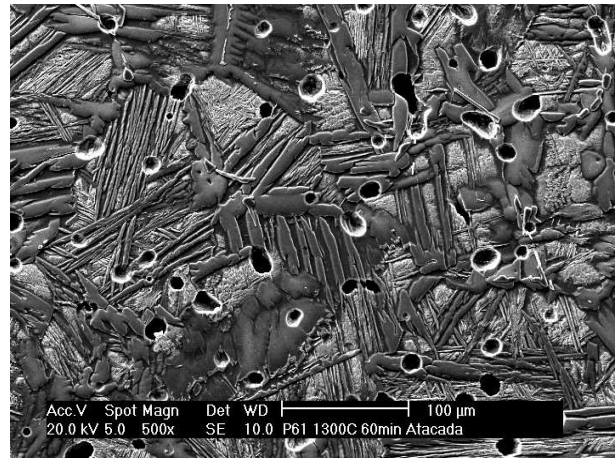


Figura 9: Microestructura de los materiales $Ti-xFe$ (Carbonilo).

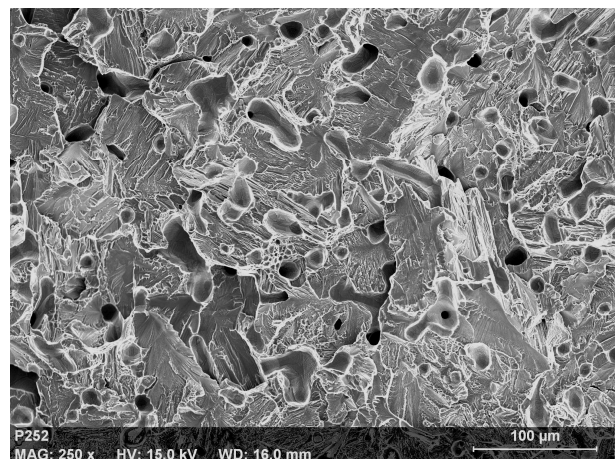


Figura 10: Fractura del material seleccionado de la familia $Ti-xFe$ (Fe-25Ti).

Otra hipótesis sobre la naturaleza frágil de los materiales ASC100.29 y Fe-25Ti es la posible presencia de intermetálicos en la microestructura. La adición de Fe-

25Ti podría no difundir completamente debido la alta estabilidad y alto punto de fusión del intermetálico TiFe_2 (1427°C), quedando residuos frágiles en la microestructura que pudieran concentrarse en bordes de grano u otras zonas preferenciales. Tales intermetálicos tienen un carácter frágil y podrían actuar como centros de nucleación de fisuras o centros de concentración de tensiones. En el caso de la familia de ASC100.29 la formación de fase líquida podría dar lugar a la formación de precipitados intermetálicos que actuaran del mismo modo que en el caso de las adiciones de Fe-25Ti.

Frente a esto, la familia realizada mediante adiciones de Fe carbonilo tiene un comportamiento distinto durante la sinterización, ya que la alta superficie específica de la adición podría permitir que el Fe difundiera sin formación de fase líquida evitando por tanto la precipitación de intermetálicos.

4. CONCLUSIONES

Se puede afirmar que las familias de materiales estudiados presentan comportamientos mecánicos diferentes causados principalmente por el tipo de adición empleado en cada caso. En general, los materiales tienen un comportamiento frágil debido a la porosidad residual de los mismos. La alta dispersión encontrada en los resultados de tensión y deformación marca las futuras vías de investigación hacia la optimización de los procesos de producción de materiales para disminuir la variabilidad de resultados y acercar estos a los valores máximos encontrados. Posiblemente un ajuste en la distribución de tamaño de partícula del polvo base contribuiría a obtener mayores densidades finales durante la sinterización, lo que significa tener una menor porosidad residual.

Las familias Ti(HDH) y Ti-xFe(Carbonilo) son las que mayor tenacidad han presentado, mientras que las familias de materiales realizadas con Fe ASC100.29 y con ferroaleación Fe-25Ti han tenido un comportamiento frágil. En el caso de los materiales realizados con ASC100.29 este comportamiento parece ser debido al gran tamaño de poro residual, mientras que en el segundo caso las impurezas de la ferroaleación podrían tener influencia negativa sobre el comportamiento mecánico del material.

La presencia de intermetálicos bien por falta de difusión o bien por precipitación de los mismos, podría ser también la causa de la fragilización en las familias Fe-25Ti y ASC100.29.

AGRADECIMIENTOS

Los autores desean expresar su agradecimiento al Ministerio de Educación y Ciencia por su financiación a través del proyecto de I+D MAT2006-02458, a la Comunidad de Madrid por su financiación a través del Programa ESTRUMAT (S-0505/MAT/0077), y al

Departamento de Ciencia de Materiales de la ETSICCP de la UPM por la ayuda prestada para el uso del MEB.

REFERENCIAS

- [1] Matthew J. Donachie, Jr., *Titanium: A Technical Guide*, ASM Internacional, 1988
- [2] C. Leyens, M. Peters, *Titanium and Titanium Alloys*, Wiley-VCH GMBH & Co. KGaA, 2003
- [3] D.M. Brunette, P. Tengvall, M. Textor, P. Thomsen, *Titanium in Medicine: Material science, surface science, engineering, biological responses and medical applications*, Springer 2001.
- [4] George Zheng Chen, Derek J. Fray, Tom W. Farthing, *Direct electrochemical reduction of titanium dioxide to titanium in molten calcium chloride*, Nature, 407 (2000), 361-364
- [5] *Summary of Emerging Titanium Cost Reduction Technologies*, A study performed for US Department of Energy and Oak Ridge national Laboratory. Subcontract 4000023694, January 2004. Available at: <http://www.ms.ornl.gov/programs/energyeff/hvpm/Kraft-Titanium-2.pdf>
- [6] *Opportunities for Low Cost Titanium in Reduced Fuel Consumption, Improved Emissions, and Enhanced Durability Heavy-Duty Vehicles*, A Study performed for US Department of Energy and Oak Ridge National Laboratory, Subcontract 4000013062, July 2002. Available at: <http://www.ms.ornl.gov/programs/energyeff/hvpm/Kraft-Titanium.pdf>
- [7] *ASM Metals Handbook, Volume 7: Powder Metallurgy*, ASM, Third printing, 1984
- [8] Russell A. Chernenkoff, *Low-Cost Powder Metallurgy Technology for Particle-Reinforced Titanium Automotive Components: Manufacturing Process Feasibility Study*. FY 2004 Progress Report for Automotive Lightweighting Materials. U.S. Department of Energy. Office of Freedom Car and Vehicle Technologies. April 2005. Available at: http://www.eere.energy.gov/vehiclesandfuels/pdfs/al_m_04/3a_chernenkoff.pdf
- [9] F.H. Froes, H. Friedrich, J. Kiese, D. Bergoint. *Titanium in the family automobile: the cost challenge*. JOM (2004), vol 56, n 2, pp. 40-44.
- [10] Gerd Lütjering, James C. Williams, *Titanium: Engineering materials and processes*, Springer 2003
- [11] D.B. Lee, K.B. Park, H.W. Jeong, S.E. Kim, *Mechanical and oxidation properties of Ti-xFe-ySi alloys*, Materials Science and Engineering A328, 2002, 161-168

FRAGILIZACIÓN DE ACEROS DE CONSTRUCCIÓN A ALTA TEMPERATURA

A. Valiente y F. J. Gómez

Universidad Politécnica de Madrid

Departamento de Ciencia de Materiales

E.T.S.I. Caminos, Canales y Puertos. c/ Profesor Aranguren s/n, 28040 Madrid

Resumen. En este trabajo se examina la fragilización térmica observada en el comportamiento bajo tracción simple de un acero estructural de construcción S275 JO. Se han realizado ensayos de rotura con probetas de tracción entalladas axilsimétricamente, a temperatura ambiente y a 500°C, para el acero en cuestión y para otros dos aceros estructurales de construcción, de los tipos S460 N y S460 NL sin síntomas de fragilización térmica. Los resultados obtenidos confirman que las altas temperaturas fragilizan el acero estudiado, tanto en términos empíricos como mediante su interpretación a través de la teoría macroscópica de rotura conocida como rotura cohesiva.

Abstract. This work deals with the thermal embrittlement detected in the tensile behaviour of a S275 JO type structural steel for building. An experimental programme of fracture tests at room temperature and 500°C was carried out with cylindrical tensile specimens axisymmetrically notched. The examined S275 JO steel and two other structural steels for building of the types S460 N and S460 NL were tested. These two steels were chosen for showing no sign of experiencing the thermal embrittlement of the S275 JO steel. The test results itself, but also when assessed on the basis of macroscopic fracture theories such as the cohesive model, ascertain that high temperatures activate some embrittlement mechanism that does not operate on the other two tested steels,

1. INTRODUCCIÓN

La mejora y diversificación que los aceros estructurales de construcción han experimentado en los últimos años propicia avances sustanciales de la seguridad, la durabilidad y la sostenibilidad de las construcciones con estructura de acero, siempre que estas mejoras sean acompañadas de cambios significativos en la normativa de proyectos de este tipo de estructuras. La publicación reciente de nuevas normas, tanto en Europa como en América, confirma que tales cambios se están teniendo lugar.

Buena parte del esfuerzo realizado se concentra en la rotura frágil y en la resistencia al fuego, debido a que con anterioridad no se empleaban métodos que valorasen explícitamente la respuesta estructural frente al fuego y frente a la rotura frágil, pese a que la Ingeniería Estructural y la Mecánica de Fractura cuentan con bases sólidas para el diseño en condiciones de incendio y en condiciones proclives a la rotura frágil. En el caso del fuego, los códigos técnicos se limitaban a establecer requisitos para asegurar que las estructuras de acero disponían de un nivel suficiente de protección térmica mediante aislamientos cuya efectividad se verificaba en ensayos equivalentes a pruebas reales bajo condiciones tipificadas [1]. En el caso de la rotura frágil, los códigos restringían fuertemente el espesor de acero utilizable [2] sobre bases empíricas, y esto, unido a las limitadas prestaciones de los aceros admitidos, condicionaba el diseño, obligando a un mayor consumo de acero.

Los cambios recientemente introducidos consisten en la incorporación de métodos de cálculo de la resistencia al fuego comparables a los empleados para otros estados límite. La metodología del Eurocódigo 3 [3], de la nueva Instrucción de Acero Estructural [4], del Código Técnico de la Edificación [5], y del código AISC [6] se basa en determinar la capacidad resistente del elemento estructural frente a las cargas mecánicas cuando se encuentra a alta temperatura, y en efectuar con ella comprobaciones resistentes análogas a las que se efectúan a temperatura ambiente. La prevención de la rotura frágil sólo ha sido incorporada en las normas europeas, promovida por el Eurocódigo 3 [7]. El procedimiento operativo adoptado coincide con el de las normas anteriores en limitar el espesor de acero utilizable en función de la temperatura de servicio, pero también en función de la velocidad de carga y del estado tensional, y además para una gama de aceros tipificados mucho más amplia. Las limitaciones de espesor no son de carácter empírico, sino que se han establecido aplicando un criterio de fractura frágil/dúctil basado en valores de la integral J para elementos y detalles constructivos fisurados y en valores de la tenacidad de fractura de los aceros tipificados, dependientes de la temperatura y de la velocidad de carga [8].

Sin embargo, el comportamiento mecánico de los aceros de construcción asumidos en estos códigos no siempre es representativo, por falta de datos experimentales publicados acerca de la tenacidad de fractura [8] y de la

resistencia y rigidez a alta temperatura [9]. En relación con estos últimos, las comparaciones de las fórmulas de los códigos EC3 y AISC con resultados obtenidos en simulaciones numéricas por elementos finitos revelan discrepancias de hasta el 100%, con mayor fiabilidad del código EC3 atribuible a que adopta una descripción menos simplista del efecto de la temperatura sobre la curva tensión-deformación que el código AISC [10]. Los resultados de ensayos realizados a alta temperatura, tanto con elementos de acero estructural [11] como con el propio material [12], también revelan importantes diferencias, que no siempre están del lado de la seguridad.

En Japón se han desarrollado aceros de construcción resistentes al fuego a base de añadir aleantes como cromo y molibdeno al acero al carbono. Estos aceros mantienen los valores de la resistencia hasta temperaturas mayores que los aceros al carbono, 600°C frente 400°C en el caso del acero S275 y sus equivalentes resistentes al fuego, pero no mejoran la ductilidad [13].

Este trabajo amplía el anteriormente realizado por los autores [12] comparando el comportamiento a temperatura ambiente y alta temperatura (hasta 500°C) de tres aceros de construcción al carbono: uno de resistencia baja y tenacidad media (S275 JO), otro de resistencia alta y tenacidad media (S460 N) y un tercero de resistencia y tenacidad alta (S460 NL). Las propiedades resistentes y de ductilidad que se miden en el ensayo de tracción fueron el objeto de la comparación, motivada por la rotura frágil a tracción exhibida por el acero S275 JO a 500°C. Los resultados confirmaron el comportamiento anómalo observado. Tanto el alargamiento bajo carga máxima como la estricción aumentaron con la temperatura para los aceros S460 N y S460 NL, pero disminuyeron para el acero S275 JO. En alguno de los ensayos de tracción realizados a 500°C con este acero ni siquiera se produjo estricción.

Las indicaciones de fragilización térmica observadas en el acero S275 JO se examina en este trabajo mediante ensayos de fractura realizados con probetas axil-simétricas entalladas que se cargan a tracción hasta rotura. En la primera parte del trabajo se exponen las características de los materiales utilizados, la técnica experimental empleada y los resultados obtenidos. La segunda parte esta dedicada al análisis de los resultados.

2. EXPERIMENTACIÓN

Los aceros empleados en esta investigación son estructurales de construcción de los tipos S460N, S460NL

[14] y S275 JO [15]. Se trata de aceros al a carbono, de grano fino, soldables, con un límite elástico de 460 MPa los dos primeros y de 275 MPa el tercero. La diferencia de tenacidad radica en la temperatura de transición Charpy exigida: -10°C para el acero S275 JO, -30°C para el acero S460 N y -50°C para el acero S460 NL.

Los aceros S460 N y S460 NL fueron suministrados en chapa de 30 mm de espesor y el acero S275 JO en chapa de 10 mm. La tabla 1 indica la composición química de los tres aceros y la figura 1 sus propiedades mecánicas a 20°C y a 500°C..

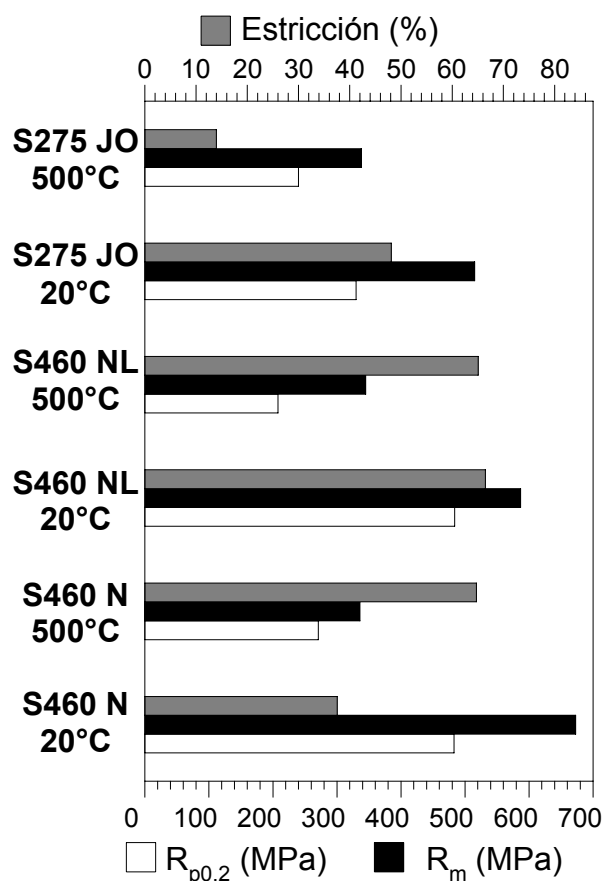


Fig 1. Límite elástico ($R_{p0.2}$), resistencia a tracción (R_m) y estricción de los aceros estudiados, a 20°C y a 500°C.

Los ensayos de fractura se han realizado a 20°C y a 500°C, empleando probetas cilíndricas con entalla axil-simétrica y eje paralelo a la dirección de laminación de la chapa. Las dimensiones de las dos configuraciones empleadas, A y B, pueden verse en la figura 2.

Tabla 1. Composición química de los aceros.

Aceros	C	Mn	Si	S	P	Cr	Ni	Cu	Nb	N	Al	Mo	C _{equi}
S460N	0.18	1.54	0.41	0.002	0.015	-	0.47	-	0.057	-	0.071	0.143	0.4966
S460NL	0.09	1.61	0.447	0.001	0.012	0.026	0.026	0.012	0.03	0.004	0.038	0.06	0.378
S275JO	0.16	0.75	0.16	0.022	0.011	0.09	0.13	0.52	0	0.01		0.	0.3515

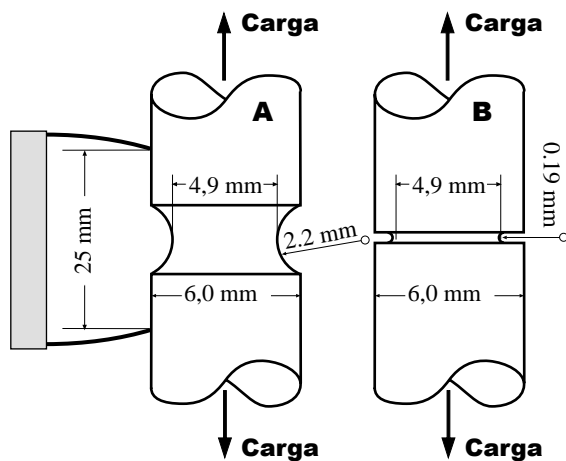


Fig 2. Dimensiones de las probetas ensayadas.

Los tres materiales y las dos configuraciones se han ensayado a las dos temperaturas, y cada ensayo se han realizado por duplicado. Una cámara térmica con temperatura regulable acoplada a la máquina de ensayos permitió mantener la temperatura del ensayo y a la vez aplicar la carga de tracción. Las deformaciones se midieron con un extensómetro capacitivo de alta temperatura sin refrigeración, sujeto a la probeta mediante cuchillas y muelles especiales. La base de medida del extensómetro era de 25 mm y su recorrido 5 mm. La temperatura de la probeta se registró con un termopar tipo K en contacto con la misma. El controlador de temperatura de la cámara se ajustó en función de la lectura del termopar.

La probeta, el extensómetro y las mordazas de sujeción permanecían en el interior de la cámara, con estas últimas unidas al actuador y a la célula de carga mediante dos barras de acero inoxidable y baja conducción que atravesaban la cámara por sendos orificios dispuestos al efecto. Un sistema de refrigeración de las barras evitaba el calentamiento de la célula de carga. El calentamiento de la probeta hasta la temperatura de ensayo se realizó a razón de 10°C /min bajo una precarga de 1 kN. A fin de asegurar la uniformidad de temperatura de la probeta, una vez alcanzada la temperatura de ensayo, se mantuvo durante 30 minutos antes de comenzar la carga.

Las figuras 3, 4 y 5 muestran los registros carga-alargamiento obtenidos con la entalla de mayor radio, y las figuras 6, 7 y 8 los obtenidos con la entalla de menor radio. Las dos series de resultados confirman el efecto fragilizador de la temperatura sobre el acero S275 JO. En el caso de los aceros S460 NL y S460 N, el alargamiento que es necesario imponer a la probeta para provocar la rotura aumenta sensiblemente con la temperatura, hasta el punto de que a 500°C es necesario seguir alargando las probetas del primero de ellos hasta su separación total en dos mitades y la desaparición de su capacidad de resistir carga. Con el acero S275 JO se produce el efecto opuesto, y a 500°C el alargamiento de las probetas antes de romperse se reduce drásticamente

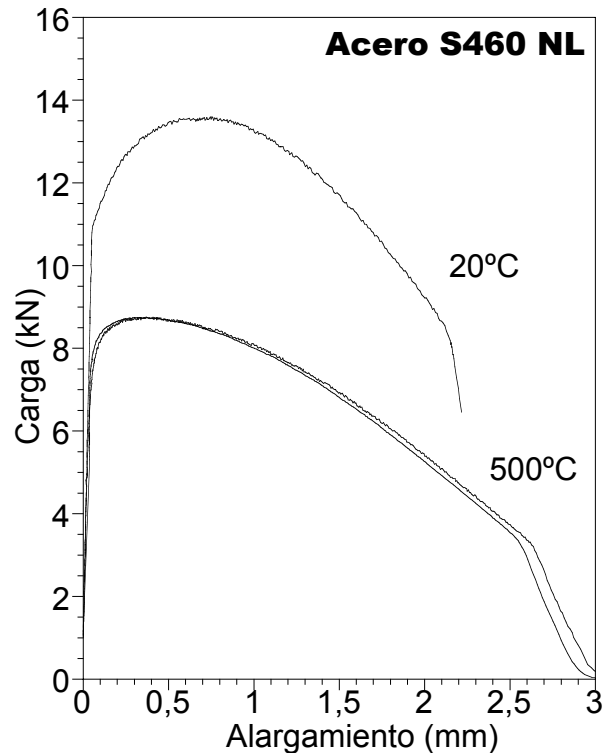


Fig 3. Curvas carga-alargamiento de los ensayos A de rotura del acero S460 NL a 20°C y a 500°C.

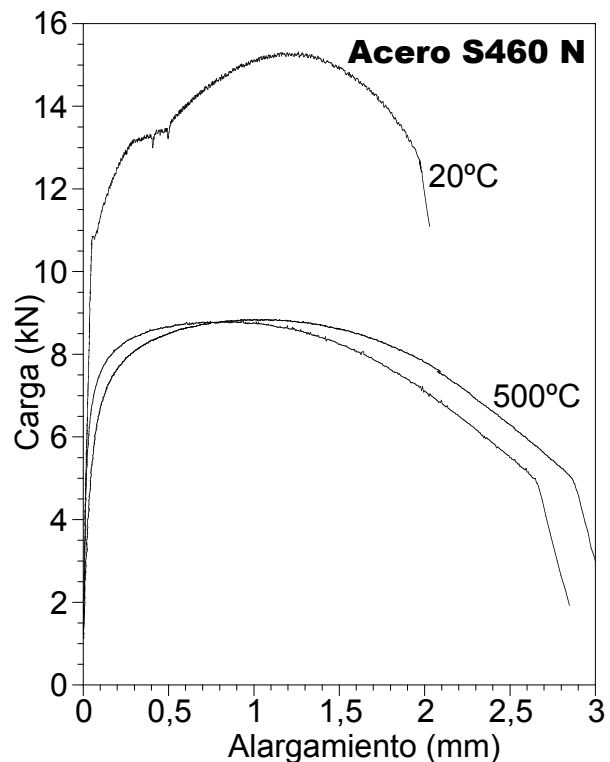


Fig 4. Curvas carga-alargamiento de los ensayos A de rotura del acero S460 N a 20°C y a 500°C.

La disminución de la capacidad resistente (carga máxima) de la probetas debida a la temperatura) tiene lugar

en los tres aceros y no es por sí sola un dato indicativo de fragilización, ya que la menor resistencia de los aceros en caliente podría bastar para explicarla.

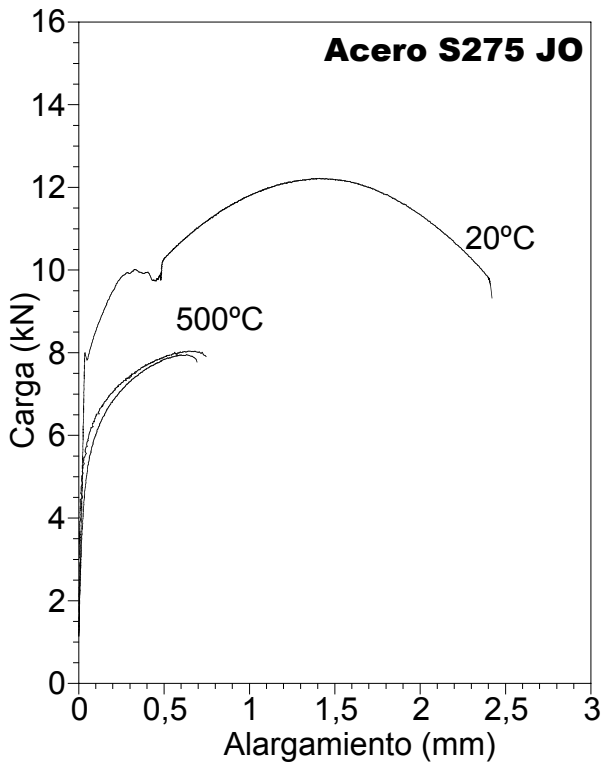


Fig 5. Curvas carga-alargamiento de los ensayos A de rotura del acero S275 JO a 20°C y a 500°C.

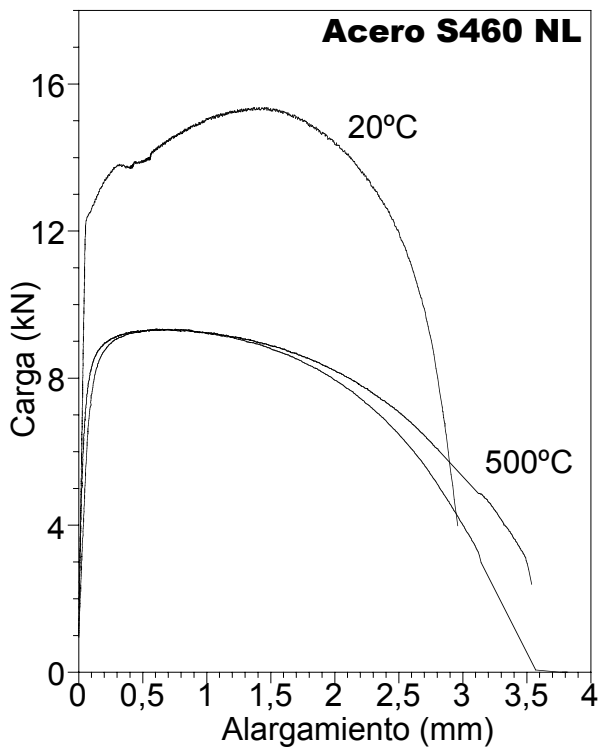


Fig 6. Curvas carga-alargamiento de los ensayos B de rotura del acero S460 NL a 20°C y a 500°C.

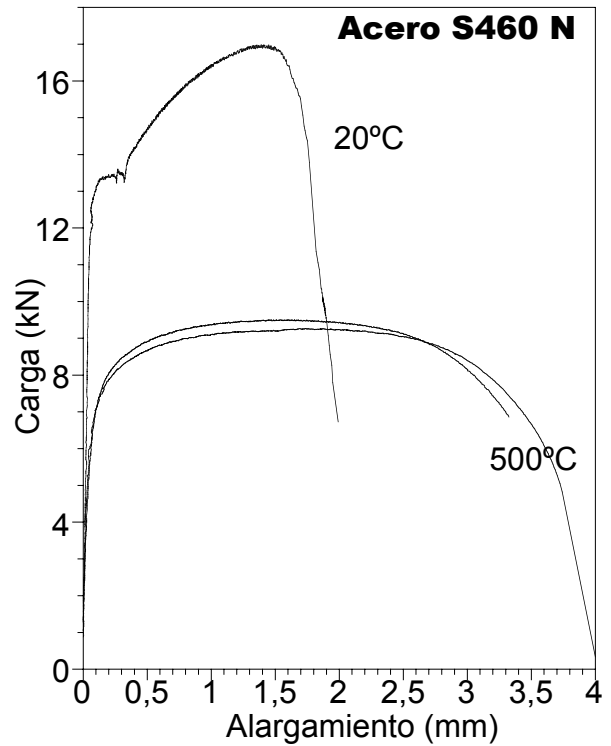


Fig 7. Curvas carga-alargamiento de los ensayos B de rotura del acero S460 N a 20°C y a 500°C.

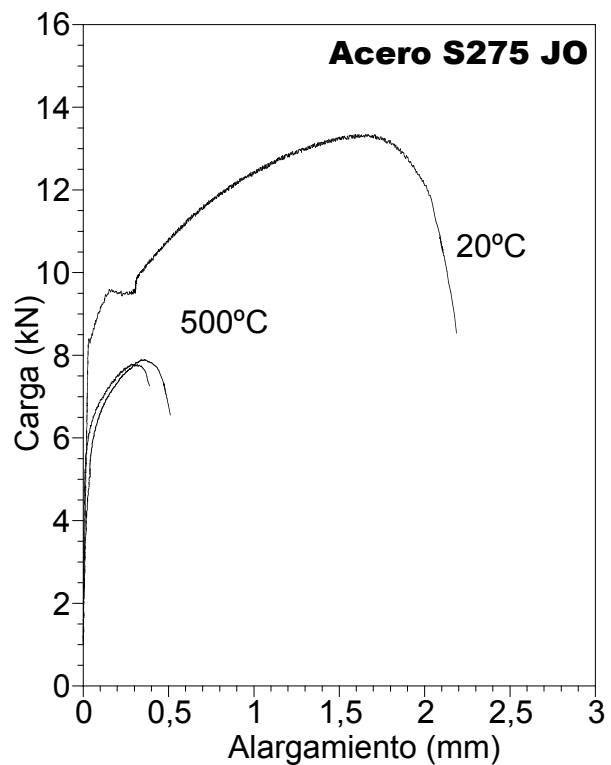


Fig 8. Curvas carga-alargamiento de los ensayos B de rotura del acero S275 JO a 20°C y a 500°C.

3. ANÁLISIS DE RESULTADOS

La carga máxima unitaria neta S_N (carga por unidad de sección transversal inicial en la raíz de la entalla), comparada con la resistencia a tracción R_m , proporciona una medida de la sensibilidad de los aceros a las entallas, y con ella una primera evaluación del efecto fragilizador de la temperatura. La tabla 2 recoge los valores del cociente S_N/R_m , e indica que las altas temperaturas no incrementan significativamente la sensibilidad a las entallas de ninguno de los tres aceros, como cabría esperar si el efecto fragilizador se manifestara a través de esta propiedad.

Tabla 2. Sensibilidad a las entallas de los aceros estudiados a 20°C y a 500°C.

	Entalla	20°C	500°C
S460 NL	A	1,20	1,38
S460 N	A	1,22	1,34
S275 JO	A	1,26	1,25
S460 NL	B	1,34	1,48
S460 N	B	1,38	1,43
S275 JO	B	1,37	1,23

En un material frágil, la concentración de tensiones que origina la entalla produciría la rotura sin dar lugar a que en el resto del ligamento se desarrollasen tensiones con valor medio próximo a la resistencia a tracción. Sin embargo, los datos de la tabla 2 indican que ese valor medio es entre un 20% y un 50% más alto que la resistencia a tracción, incluso en el caso de la entalla aguda, cuya capacidad para provocar concentraciones de tensión es muy alta. Si la fragilización térmica se reflejase en la sensibilidad a las entallas, el valor del cociente S_N/R_m tendría que ser sensiblemente menor a 500°C que a temperatura ambiente. Esto sólo ocurre en alguna medida para el acero S275 JO y la entalla aguda.

La mínima sensibilidad a las entallas sería la de un acero que alcanzase la inestabilidad plástica de la entalla sin iniciar el proceso de fractura. Para entallas con perfiles de radio de curvatura comparable al del cuello de estricción de una probeta cilíndrica, cuando se produce la inestabilidad el valor del cociente S_N/R_m es [16, 17]:

$$\frac{S_N}{R_m} = \left(1 + 2\frac{R}{a}\right) \ln\left(1 + 2\frac{a}{R}\right) \quad (1)$$

donde a y R son el valor inicial del radio de la sección más estrecha de la entalla y el valor inicial del radio de curvatura del perfil de entalla en la misma sección. Sólo la entalla A es asimilable al cuello de estricción de una probeta, y para esta entalla A el valor que resulta de aplicar la ecuación es 1,24, que coincide con los de la tabla 2 para el acero S275 JO a 20°C y a 500°C. Así pues, la fragilización térmica de este acero no impide su ago-

tamiento plástico bajo concentradores de tensión moderados como la entalla A.

La ausencia de signos de fragilización que antecedan al agotamiento plástico indica que aquella afecta a los micromecanismos de rotura cuya activación requiere altos niveles locales de deformación plástica, es decir, los procesos de nucleación, crecimiento y coalescencia de huecos que dan lugar a la fractura por desgarramiento dúctil del material. Para el tipo de probetas entalladas empleadas en este trabajo, un efecto fragilizador de este tipo, causado por irradiación neutrónica, ha sido explicado en términos macroscópicos mediante el modelo de la fisura cohesiva con curva de ablandamiento rectangular [19].

El resultado de aplicar este modelo a una probeta axil-simétrica entallada con severidad moderada es que la zona cohesiva se desarrolla en la sección más estrecha a partir del eje de la probeta, por ser este punto donde se produce la tensión máxima. La iniciación de la zona cohesiva ocurre cuando dicha tensión iguala la resistencia cohesiva. Seguidamente, la zona cohesiva se extiende hacia el exterior de la probeta mientras el material que la forma se ablanda crecientemente, tanto más cuanto más próximo se encuentre al centro de la sección. La fisuración del material ablandado comienza en este punto y se propaga hacia el exterior a medida que el material va alcanzando el límite de ablandamiento.

La fisuración se refleja en la curva carga-alargamiento por un cambio brusco de pendiente en la rama de descarga. La rotura tiene lugar cuando la zona cohesiva alcanza la superficie exterior de la probeta. Esto puede ocurrir antes de que comience la fisuración del material ablandado, en cuyo caso el cambio de pendiente no se produce.

Este último comportamiento sólo se observa en el acero S275 JO a 500°C (figura 6), pero la proximidad de la rotura a la inestabilidad plástica es incompatible con que la zona cohesiva se haya extendido desde el centro hasta la superficie de la sección, ya que esto requiere una caída de carga mucho mayor. La coincidencia de la carga máxima experimental con la carga teórica de inestabilidad plástica respalda la idea de que la zona cohesiva no se inicia antes de la inestabilidad. Esto, unido a la proximidad de la inestabilidad y la rotura permite suponer que la tensión máxima $\sigma_{m\acute{a}x}$ al alcanzarse la carga de inestabilidad es una buena estimación de la tensión cohesiva σ_t . De acuerdo con [17], $\sigma_{m\acute{a}x}$ viene dada por:

$$\sigma_t \cong \sigma_{m\acute{a}x} = S_N \left(\frac{a}{a-\Delta a}\right)^2 \left[1 + \ln\left(1 + 2\frac{a}{R}\right)\right] \quad (2)$$

donde $a - \Delta a$ es el radio de la sección mínima para la carga de inestabilidad. Cuando la zona cohesiva ocupa toda la sección mínima, σ_t es la tensión media, y despreciando la variación del radio de la sección mínima entre inestabilidad y rotura, la carga unitaria S'_N sería:

$$s'_N = \sigma_t \left(\frac{a - \Delta a}{a} \right)^2 = s_N \left[1 + \ln \left(1 + 2 \frac{\Delta a}{R} \right) \right] \quad (3)$$

Para la entalla A, la carga unitaria s'_N sería 1,44 veces la carga unitaria s_N , mientras que según la figura 6, ambas cargas apenas difieren en un 2%. Descartada la rotura por extensión de la zona cohesiva a toda la sección resistente, la única explicación que cabe en el marco del modelo cohesivo es que la capacidad de ablandamiento del material sea tan limitada que el ablandamiento y la fisuración se sucedan enseguida. El área de la curva de ablandamiento es la tenacidad de fractura, y por lo tanto baja capacidad de ablandamiento implica baja tenacidad y fragilización, en este caso inducida térmicamente.

4. CONCLUSIONES

Los resultados obtenidos en ensayos de rotura con probetas entalladas confirman la fragilización térmica de un acero de construcción S275 JO a 500°C. Los aceros S460 N y S460 NL a 500°C ensayados en iguales condiciones no experimentan cambios similares. La interpretación de los resultados experimentales mediante el modelo de rotura cohesiva permite concluir que la fragilización térmica es debida a una fuerte aceleración de los mecanismos de rotura dúctil en las etapas posteriores a la iniciación.

AGRADECIMIENTOS

Los autores desean agradecer al Ministerio de Educación y Ciencia la financiación recibida (proyecto ENE 2005-06478/CON). El presente trabajo se ha realizado dentro del marco de los proyectos DUMEINPA, financiado por la Comunidad de Madrid, y SEDUREC, integrado en el programa nacional de investigación CONSOLIDER-INGENIO 2010.

REFERENCIAS

- [1] R.D. 279/1991 "Norma Básica de la Edificación NBE-CPI/91: Condiciones de protección contra el fuego de los edificios" Ministerio de Fomento, Madrid, 1991.
- [2] R.D. 1829/1995 "Norma Básica de la Edificación NBE-EA/95: Estructuras de acero en la edificación" Ministerio de Fomento, Madrid, 1995.
- [3] EN 1993-1-2 "Design of Steel Structures: Structural Fire Design", Comité Europeo de Normalización, Bruselas, 2005.
- [4] Nueva Instrucción de Acero Estructural, versión 0 "EAE, capítulo XII: Proyecto de estructuras de acero frente al incendio" Ministerio de Fomento, www.fomento.es.
- [5] Código Técnico de la Edificación "CTE Documento básico DB-SI: Seguridad en caso de incendio, Anejo D: Resistencia al fuego de los elementos de acero" Ministerio de la Vivienda, Madrid, 2006.
- [6] Specification for Structural Steel Building, apéndice 4 "Structural Design for Fire Conditions" American Institute of Steel Construction, Chicago, 2005.
- [7] EN 1993-1-10 "Design of Steel Structures: Material toughness and through-thickness properties", Comité Europeo de Normalización, Bruselas, 2005.
- [8] N. Stranghöner, G. Sedlacek, G. Stözel, W. Dahl y P. Langenberg "Document No. II.3.1: Background documentation to Eurocode 3 Design of Steel Structures: Choice of steel material to avoid brittle fracture". Aachen, May, 1997.
- [9] Wainman, D. E. y Kirby, B. R. "RS/RSC/S10328/1/87/B: Compendium of U.K. Standard Fire Test Data Unprotected Structural Steel-1", British Steel Corporation, Swinden Laboratories, Rotherham, 1988.
- [10] Takagi, J. y Deierlein, G.G. "Strength design criteria for steel members at elevated temperature" Journal of Constructional Steel Research, **63**, 1036-1050 (2007).
- [11] Dharma, R.B. and Tan, K-H. "Rotational capacity of steel I-beams under fire conditions Part I: Experimental study" Engineering Structures **29**, 2391-2402 (2007).
- [12] Imedio, O., Gómez, F. J., Caballero, L. y Valiente, A. "Ductilidad a alta temperatura de aceros estructurales de construcción de los tipos S460 y S275" Anales de Mecánica de la Fractura, **21**, 269-274 (2004).
- [13] Kelly, F.S y Sha, W. "A comparison of the mechanical properties of fire-resistant and S275 structural steel" Journal of Constructional Steel Research, **50** 223-233 (1999).
- [14] AENOR, "UNE 10025-2: Productos laminados en caliente de aceros para estructuras. Aceros estructurales no aleados" Madrid, 2006.
- [15] AENOR, "UNE 10025-3: Productos laminados en caliente de aceros para estructuras. Aceros soldables de grado fino en la condición de normalizado/laminado de normalización" Madrid, 2006.
- [16] Bridgman, P. W. "Studies in Large Plastic Flow and Fracture" Harvard University Press, Cambridge, Massachusetts, U. S. A, 1964.
- [17] Valiente, A. "On Bridgman's Stress Solution for A Tensile Neck Applied to Axisymmetrical Blunt Notched Tension Bars" Journal of Applied Mechanics, **68** 412-419 (2001).
- [18] Gómez, F. J. Valiente, A. y Elices, M. "Cohesive modelling of the fracture of a neutron irradiated pressure vessel steel" Nuclear Engineering and Design **219**, 111-125 (2002).

CORROSIÓN BAJO TENSIÓN DE UN ACERO AL CARBONO EN MEZCLAS DE BIOETANOL Y GASOLINA

A. Albístur Goñi¹, C. Berlanga Labari², J. Fernández Carrasquilla³

¹ Departamento de Ingeniería Mecánica, Energética y de Materiales, ETSII y de Telecomunicaciones (Universidad Pública de Navarra),
Campus de Arrosadía, s/n,
31006 Pamplona, España
E-mail: aranzazu.albistur@unavarra.es

² E-mail: carlos.berlanga@unavarra.es

³ E-mail: ferca@unavarra.es

RESUMEN

El presente trabajo tiene como objeto el estudio de la interacción del bioetanol y diferentes mezclas de bioetanol-gasolina con el acero al carbono S 275 JR. Por un lado se estudia el comportamiento frente al fenómeno de Corrosión Bajo Tensión (CBT) de dicho acero, utilizando la técnica de velocidad de deformación lenta y cuando el medio corrosivo consiste en diferente mezclas de bioetanol-gasolina. Asimismo se realiza un análisis fractográfico de las muestras sometidas a ensayo para comprobar los micromecanismos de fractura. Por otro lado, se utilizan técnicas electroquímicas de corriente continua (curvas de polarización potenciodinámica cíclica) no solo para analizar el comportamiento corrosivo del bioetanol y sus mezclas con gasolina, sino también para comprobar qué componentes del bioetanol son los más significativos en relación con los efectos negativos sobre las propiedades del acero. Se observa en general, disminución del alargamiento y del tiempo hasta la fractura respecto a los valores obtenidos en ambiente inerte y un efecto muy significativo del contenido en ácido acético sobre la velocidad de corrosión.

ABSTRACT

The main objective of this paper is to study the interaction between bioethanol and bioethanol-gasoline blends with the S 275 JR carbon steel. On the one hand, the Stress Corrosion Cracking (SCC) behaviour of the carbon steel is studied through the use of the Slow Strain Rate Technique and when the test environments are various bioethanol-gasoline blends. Also a fractographic analysis has been carried out in order to verify the fracture micromechanisms. On the other hand, direct electrochemical tests are carried out (cyclic potentiodynamic polarization curves) not only to analyze the corrosive behaviour of bioethanol and bioethanol-gasoline blends, but also to verify which components are more significant with reference to the negative effects on the properties of the steel. In general, a decrease in elongation and in fracture time is observed in comparison with the results obtained in inert environment and a significant influence of acetic acid content on the corrosion rate.

PALABRAS CLAVE: Bioetanol, mezclas bioetanol-gasolina, acero S 275 JR, Corrosión Bajo Tensión, corrosión electroquímica.

1. INTRODUCCIÓN

Actualmente, el bioetanol se presenta como una fuente importante de combustible renovable para el sector de la automoción. Por un lado, la producción de bioetanol a partir de biomasa reduce tanto el consumo de crudo como la contaminación ambiental. Por otro lado, como aditivo a la gasolina hace aumentar el octanaje del combustible. Sin embargo, aunque los carburantes tradicionales no han causado problemas de corrosión, los biocarburantes en base alcohol pueden contener una considerable cantidad de agua y además se puede producir la oxidación parcial de sus componentes por exposición a la atmósfera, lo cual puede conducir a la

corrosión y posterior fallo de los componentes metálicos en contacto con las mezclas bioetanol-gasolina. De hecho, se han documentado varios casos en los que componentes metálicos (principalmente tanques de almacenamiento, distribución y suministro de etanol, en donde la tensión a que están sometidos es la de llenado y vaciado del tanque) han sufrido fallos debido al fenómeno de Corrosión Bajo Tensión (CBT) al contacto con el biocombustible. Sin embargo, la relación entre el bioetanol y los materiales que forman parte de los motores de combustión no es reciente, puesto que ya se propusieron mezclas de etanol-gasolina para su uso como combustible en los motores de ciclo Otto desde el momento de su invención [1,2,3]. Sin embargo, hasta

ahora no se había planteado seriamente su utilización de forma significativa a nivel mundial; el motivo principal del nuevo interés por el bioetanol ha sido su consideración como combustible neutro a efectos de CO_2 (g).

Brasil ha sido el país que más ha experimentado la influencia del bioetanol en materiales que constituyen los componentes de los vehículos, por medio de diferentes programas de investigación [5-8] especialmente en los años 70 y principios de los 80; después la industria del bioetanol se paralizó al disminuir los incentivos fiscales para su uso.

En relación con el estudio de la corrosión electroquímica de los materiales metálicos en contacto con el bioetanol y sus mezclas, Jahnke y Schönborn [9] fueron los primeros en realizar un estudio en Europa sobre aceros aleados y no aleados utilizando combustibles en base alcohol. Asimismo, Kabasakaloglu et al. [10] estudiaron la polarización de un acero al carbono en mezclas de etanol-agua-acido sulfúrico en un medio ácido. Uno de los mayores problemas para el avance de la comercialización del bioetanol ha sido los pocos estudios realizados sobre la compatibilidad de los materiales que forman parte de las diferentes piezas de los motores de combustión interna. Traldi et al. [11,12] estudiaron el comportamiento de dos aleaciones de aluminio-silicio y una fundición gris, en mezclas de bioetanol-gasolina. Estos materiales se utilizan en pistones y camisas de los cilindros de motores de combustión. Por su parte, X.Nie et al. [13] estudiaron el comportamiento de dos aleaciones de aluminio (Al 6061, Al319) tanto sin recubrir como recubiertos mediante anodizado y el procedimiento de oxidación electrolítica por plasma, un acero inoxidable (AISI 304) y una fundición gris (G2500). Para comprobar el comportamiento de estas aleaciones en mezclas bioetanol-gasolina (E35, E85 y E100) realizaron ensayos electroquímicos de corriente continua y alterna así como microscopía electrónica de barrido en las muestras ensayadas.

En lo relativo al fenómeno de Corrosión Bajo Tensión, N. Sridhar et al. [14,15] han estudiado, el efecto del contenido en bioetanol de agua, ácido acético, oxígeno, inhibidor de corrosión, iones cloruro, metanol y desnaturizante, en el comportamiento frente fenómeno de Corrosión Bajo Tensión de un acero al carbono.

El motivo que promueve y justifica la realización de este trabajo es, principalmente, ampliar el conocimiento científico acerca del mecanismo de corrosión que sufren los materiales metálicos debido al bioetanol y sus mezclas, ya que apenas existen estudios que hayan caracterizado en profundidad, el comportamiento corrosivo de los biocarburantes.

2. EXPERIMENTAL

La composición química del bioetanol que se añadió a la gasolina para obtener las diferentes mezclas, es la que se muestra en la Tabla 1 y se obtuvo mediante los diferentes métodos que se indican. El material seleccionado para su estudio en este trabajo ha sido el acero al carbono S 275 JR, que fue suministrado en barras de 16 mm de diámetro en estado de laminación en caliente. El porcentaje en peso de C, Mn P, S y N en el acero es respectivamente 0.21, <1.5, <0.045, <0.045 y <0.009. Tras la correspondiente preparación metalográfica, el acero muestra ferrita y perlita con un tamaño de grano ASTM entre 9 y 10.

Se efectuaron ensayos de polarización potenciodinámica cíclica aplicando una velocidad de barrido de 0.16 mV/min, realizando un ciclo desde -1000 hasta 1500 mV y utilizando el electrodo de calomelanos como referencia. Se utilizaron probetas cilíndricas de área aproximada 4.5 cm². Las disoluciones de ensayo son las que se muestran en la tabla 2 y se enumeran del 1 al 11. A lo largo del trabajo se utilizarán esta notación para referirse a dichas disoluciones. Los factores que se han considerado significativos han sido el contenido en agua, ácido acético, ion cloruro, inhibidor de corrosión y oxígeno disuelto.

Tabla 1. Composición química del bioetanol utilizado en sus mezclas con gasolina.

	Método	Resultado (mg/kg)
Agua	ASTM D 1364/75	678
Cloro inorgánico	PrEN 15376	3.0
Nitrógeno como NH_3	ASTM D 1614	< 0.1
Aldehídos (acetaldehído)	ASTM D 1612/80	17
Azufre	PrEN 15485	0.8
Aluminio	GF AAS	0.007
Sodio	ASTM D 5185	<0.1
Cobre	GF AAS	0.002
Hierro	AAS	0.07
Contenido total en metales	ASTM D 5185	0.08

Las probetas sometidas al ensayo de velocidad de deformación lenta (UNE-EN ISO 7539-7) son tanto lisas como entalladas, con un diámetro de 6 mm en la sección reducida y una longitud base de 40 mm. El radio de la entalla es de 2 mm y la profundidad de la misma es un 15% del radio. Las probetas fueron desbastadas con papel de carburo de silicio hasta un acabado de 600 grit. Se aplicó en todos los ensayos una velocidad de desplazamiento entre mordazas de 0.005 mm/min. Se efectuaron ensayos tanto a potencial de corrosión libre como a potenciales previamente establecidos. Se completó el trabajo con un estudio fractográfico

mediante la técnica de microscopía electrónica de barrido. La tabla 3 muestra las condiciones de ensayo en las que se realizaron cada uno de los ensayos. Es decir, el número de ensayo es la referencia asignada al ensayo, la disolución que se ha utilizado como medio agresivo viene indicada por un número que se corresponde con los asignados en la tabla 2. A continuación se indica si se han utilizado probetas con o sin entalla y por último el potencial aplicado durante el ensayo.

Tabla 2. Composición química de las disoluciones utilizadas en los ensayos.

	Gasolina (%)	Bioetanol (%)	Ácido acético (mg/l)	H ₂ O (%)
1	100	0	0	0
2	5	95	0	0
3	15	85	0	0
4	15	85	0	0
5	15	85	0	0
6	15	85	0	5
7	15	85	0	5
8	15	85	0	5
9	15	85	56	5
10	15	85	56	5
11	95	5	0	0

	NaCl (g)	Cl ⁻ (ppm)	Inhibidor de corrosión (mg/l)	Gas
1	0	0	0	-
2	0	0	9	-
3	0	0	9	-
4	0	0	0	-
5	0.056	90	0	-
6	0	0	0	-
7	0.168	268	0	-
8	0.168	268	0	O ₂
9	0.168	268	0	-
10	0.168	268	0	O ₂
11	0	0	0	-

Tabla 3. Condiciones aplicadas en los ensayos de Corrosión Bajo Tensión.

Nº Ensayo	Disolución	Entalla	E (mV)
1	Aire	NO	-
2	1	NO	-
3	11	NO	-
4	3	NO	-
5	4	NO	-
6	5	NO	-
7	6	NO	-
8	7	NO	-
9	8	NO	-
10	8	NO	1000
11	8	NO	-1000
12	Aire	SI	-
13	8	SI	-
14	8	SI	500
15	8	SI	1000

16	10	SI	-
17	10	SI	1000

3. RESULTADOS

La figura 1 muestra las curvas de polarización potenciodinámica cíclica para cada una de las disoluciones. Asimismo se incluye el potencial de corrosión de cada disolución. Los números indicados en la leyenda de la gráfica se corresponden con las disoluciones detalladas en la tabla 2. No se pudo llevar a cabo el ensayo electroquímico utilizando la mezcla con un 100% de contenido en gasolina debido a que la conductividad del medio era despreciable.

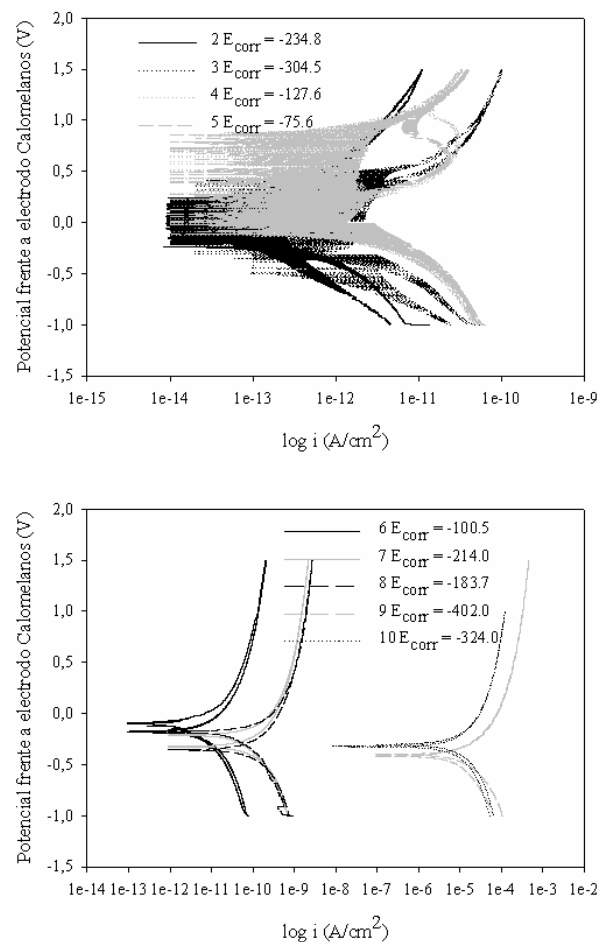


Figura 1. Curvas de polarización potenciodinámica cíclica obtenidas para diferentes mezclas de bioetanol-gasolina.

La figura 2 muestra las curvas de los ensayos de velocidad de deformación lenta correspondientes a las muestras lisas, mientras que la figura 3 ofrece las curvas relativas a las muestras entalladas. Los números que aparecen en la leyenda de las gráficas se corresponden con las referencias asignadas a cada ensayo en la tabla 3.

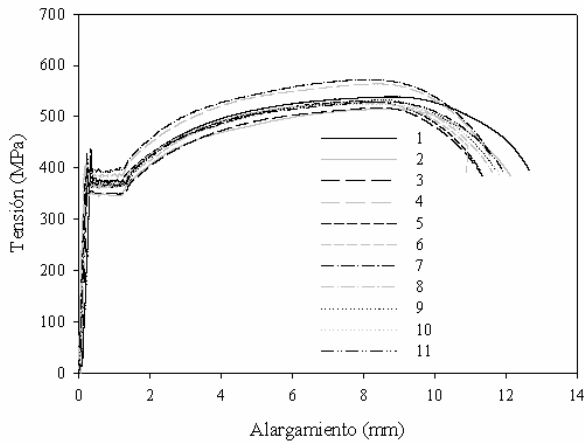


Figura 2. Curvas obtenidas en el ensayo a velocidad de deformación lenta sobre probetas lisas.

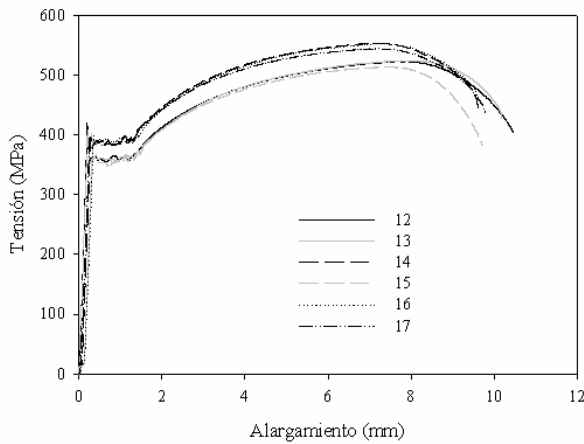


Figura 3. Curvas obtenidas en el ensayo a velocidad de deformación lenta sobre probetas entalladas.

En la tabla 4 se resumen los resultados obtenidos en los ensayos de CBT mientras que la tabla 5 agrupa los coeficientes de severidad de agrietamiento por CBT. El coeficiente de áreas que se incluye en la tabla 5 se refiere al cociente entre las áreas bajo las curvas de las figuras 2 y 3.

Tabla 4. Resultados de los ensayos de velocidad de deformación lenta.

Ensayo	R_m (MPa)	$R_{p\text{-superior}}$ (MPa)	$R_{p\text{-inferior}}$ (MPa)
1	539	432	370
2	515	352	345
3	518	386	350
4	564	410	382
5	530	405	361
6	527	401	360
7	572	424	391
8	531	404	365
9	532	419	363
10	525	406	364
11	529	424	363

12	523	415	354
13	524	400	351
14	523	399	382
15	513	410	347
16	522	398	358
17	544	523	358
Ensayo	A (mm)	Área bajo la curva (J/mm^3)	t_{fractura} (h)
1	12.7	6.07	34.3
2	12.1	5.72	32.7
3	11.4	5.17	34.5
4	11.6	5.81	34.9
5	11.3	5.33	33.2
6	10.9	5.57	35.1
7	11.6	5.89	32.9
8	11.6	5.50	34.1
9	11.7	5.51	34.1
10	11.8	5.56	35.3
11	11.9	5.64	34.9
12	11.5	4.83	29.8
13	10.2	4.69	29.0
14	9.6	4.70	26.4
15	9.7	4.40	27.8
16	9.6	4.67	23.3
17	9.8	4.74	26.5

Tabla 5. Coeficientes de severidad de agrietamiento por CBT.

Ensayo	R_{md}/R_a	A_d/A_a	t_d/t_a	$Area_d/Area_a$
1	-	-	-	-
2	0.96	0.95	0.95	0.94
3	0.96	0.90	1.01	0.85
4	1.05	0.91	1.02	0.96
5	0.98	0.89	0.97	0.88
6	0.98	0.86	1.02	0.92
7	1.06	0.91	0.96	0.97
8	0.99	0.91	0.99	0.91
9	0.98	0.92	0.99	0.91
10	0.97	0.93	1.03	0.92
11	0.98	0.94	1.02	0.80
12	-	-	-	-
13	1.00	0.89	0.97	0.97
14	1.00	0.83	0.89	0.97
15	0.98	0.84	0.93	0.91
16	0.99	0.82	0.78	0.97
17	1.04	0.85	0.89	0.98

Los resultados del análisis fractográfico de las muestras sometidas al ensayo de CBT se resumen en la tabla 6.

Tabla 6. Resumen del tipo de fallo observado en las superficies de fractura en el ensayo de CBT.

Ensayo	Micro-huecos	Planos de bajo índice	Grietas secundarias	Desgarro
1	SI	NO	NO	NO
2	SI	NO	NO	NO
3	SI	NO	NO	NO

4	SI	NO	NO	NO
5	SI	NO	NO	NO
6	SI	NO	NO	NO
7	SI	NO	NO	NO
8	SI	NO	NO	NO
9	SI	NO	NO	NO
10	SI	NO	NO	NO
11	SI	NO	NO	NO
12	SI	NO	NO	NO
13	SI	NO	SI	NO
14	SI	SI	SI	NO
15	SI	NO	NO	SI
16	-	-	-	-
17	SI	SI	SI	NO

4. DISCUSIÓN

Este trabajo analiza el comportamiento frente a la corrosión tanto electroquímico como en CBT del acero al carbono S 275 JR en mezclas de bioetanol-gasolina. Asimismo se estudia la influencia del contenido en agua, ácido acético, cloruros, inhibidor de corrosión y oxígeno disuelto sobre dicho comportamiento.

Según las curvas de polarización potenciodinámica cíclica, el factor más significativo es la presencia de ácido acético y por lo tanto valores de pH bajos en la disolución. Tal y como se puede observar en la figura 1, la presencia de ácido acético hace aumentar la densidad de corriente en cinco órdenes de magnitud respecto a las disoluciones que no lo contienen.

Si se analiza el efecto del oxígeno disuelto al considerar las curvas correspondientes a las disoluciones 9 y 10, se aprecia que la principal diferencia, como era de esperar, es que la presencia de oxígeno eleva el potencial de corrosión de la mezcla.

En ambas disoluciones, la pasivación del acero comienza a potenciales bajos (-300 mV aproximadamente) y no presenta picos. En ninguna de las dos curvas existe histéresis de pasivación ya que el barrido inverso coincide con el directo.

En relación con el efecto de los cloruros, se han comprobado dos hechos. Por una parte, aumentan el potencial de corrosión de las disoluciones 7 y 8 respecto a la disolución 6 que no los contiene. Por otra parte, la presencia de cloruros produce un aumento de la intensidad de corriente de aproximadamente dos órdenes de magnitud. Las tres disoluciones presentan histéresis en la que el barrido inverso indica densidades de corriente mayores que el barrido directo, lo que implica peores propiedades de pasivación. En estas disoluciones tampoco se han observado picos de pasivación.

Asimismo, se ha comprobado que la ausencia de agua en disolución produce una disminución de las densidades de corriente. Por ejemplo, si se comparan las disoluciones 4 y 6, se aprecia una menor velocidad de

corrosión por parte de la primera. Además, también se ha comprobado que la curva 4, presenta discontinuidades, lo que se asocia a la baja conductividad de la disolución [10]. En cuanto a las propiedades de pasivación, la curva 4 presenta buenas propiedades, ya que el barrido inverso de la curva de histéresis se produce a densidades de corriente menores que en el barrido directo. El efecto contrario se observa en la curva 6.

Se compara el efecto del aumento de un 10% de contenido en bioetanol en la mezcla, a partir de las curvas 2 (95% de bioetanol) y 3 (85% de bioetanol). En dichas curvas se observa cómo el mayor contenido en bioetanol eleva el potencial de corrosión en aproximadamente 70 mV. Al igual que en las disoluciones 4 y 6, se observan discontinuidades debidas a la baja conductividad de las mezclas utilizadas.

Por último, se ha comprobado que las disoluciones con inhibidor de corrosión no presentan picos de pasivación (curvas 2 y 3), mientras que las disoluciones que contienen inhibidor de corrosión (curvas 4 y 5) si presentan los mencionados picos.

Si se analizan de una forma global los resultados correspondientes al ensayo de CBT sobre probetas sin entallar (ver tabla 5), se observa que los valores de las propiedades mecánicas del acero ensayado en cada una de las disoluciones no varía significativamente respecto a los obtenidos en ambiente inerte, incluso en algunos casos se han obtenido valores superiores. Este hecho dificulta el análisis de la influencia de las diferentes composiciones de las mezclas en el comportamiento del acero frente el fenómeno de CBT. El análisis de las superficies de fractura de las muestras sometidas a ensayo mediante técnica de microscopía electrónica de barrido revela modo de fallo dúctil. La ausencia de fenómeno de CBT en mezclas de bioetanol-gasolina sobre muestras sin entallar está de acuerdo con las afirmaciones hechas por N. Sridhar et al. [15].

Si se analizan los resultados correspondientes a las probetas entalladas, se observan diferencias que pueden considerarse significativas entre las propiedades mecánicas obtenidas en ambiente agresivo y a las obtenidas en ambiente inerte. De todas las mezclas utilizadas y entre condiciones de ensayo que se han aplicado, la combinación que ha producido una disminución más significativa de las propiedades mecánicas del acero ha sido la disolución E85 (85% de bioetanol) con ácido acético, cloruros, agua y oxígeno disuelto, y a potencial de corrosión libre. En este caso, la microscopía electrónica de barrido revela cambio en el modo de fallo, ya que se observan, además de microhuecos, la aparición de planos de bajo índice, grietas secundarias así como modo de fallo por desgarro, lo que puede indicar la existencia de fenómeno de CBT bajo estas condiciones de ensayo.

5. CONCLUSIONES

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

En general, el comportamiento frente a la corrosión del acero al carbono S 275 JR en mezclas de bioetanol-gasolina se puede considerar aceptable excepto cuando hay presencia de ácido acético en disolución.

Únicamente se ha detectado la existencia de fenómeno de CBT en probetas entalladas expuestas a mezclas bioetanol-gasolina y en presencia de ácido acético, agua, cloruros y oxígeno disuelto.

Es necesaria una mayor experimentación para estudiar el efecto corrosivo de las mezclas bioetanol-gasolina en los aceros.

REFERENCIAS

- [1] Scheller, W.A., "Use of ethanol-gasoline mixtures for automotive fuel", *Clean fuels from biomass and wastes*, Orlando (Florida, Estados Unidos), pag. 185-200, 1977.
- [2] A. Demirbas, "Bioethanol from cellulosic materials: A renewable motor fuel from biomasa", *Energy Sources* 27, pag. 327-337, 2005.
- [3] R.K. Niven, "Ethanol in gasoline: Environmental impacts and sustainability review article", *Renewable and Sustainable Energy Reviews* 9, pag. 535-555, 2005.
- [4] prEN 15376, *Automotive fuels -Ethanol as a blending component for petrol -Requirements and test methods*, (2007).
- [5] Wanderley, V.G., Bastos, S.M., Wexler, S., Uller, L., *9º Seminario Nacional da Corrosao*, (Brasil), pag. 369-382, 1982.
- [6] V.P. Persiantseva, I.L. Rozenfeld, V.E. Zorina, E.K. Enikeev, M.I. Churaeva, "Corrosion of aluminium, copper and steel in aqueous ethanol", *Protection of metals* 15, pag. 245-248, 1979.
- [7] Woly nec, S., *10º Seminario Nacional da Corrosao*, (Brasil), pag. 17-31, 1983.
- [8] Woly nec, S., *10º Seminario Nacional da Corrosão na Produção e Utilização do Alcool*, (Brasil), pag. 1-38, 1983.
- [9] H. Jahnke, M. Schönborn "Electrochemical corrosion measurements in motor fuels based on methanol and ethanol", *Electrochemical corrosion measurements* 36, pag. 561-566, 1985.
- [10] M. Kabasakaloglu, I. Kalyoncu, T. Kiyak, "Polarization behaviour of mild steel in ethanol/water/sulphuric acid system", *Applied Surface Science* 135, pag. 188-192, 1998.
- [11] S.M. Traldi, I. Costa, J.L. Rossi, "Corrosion of spray formed Al-Si-Cu alloys in ethanol automobile fuels", *Key Engineering Materials* 189-191, pag. 352-357, 2001.
- [12] S.M. Traldi, I. Costa, J.L. Rossi, "An electrochemical investigation of the corrosion behaviour of Al-Si-Cu hypereutectic alloys in alcoholic environments", *Revista de Metalurgia Vol. Extr.* pag. 86-90, 2003.
- [13] X. Nie, X. Li, D. Northwood, "Corrosion behaviour of metallic materials in ethanol-gasoline alternative fuels", *Materials Science Forum* 546-549, pag. 1093-1100, 2007.
- [14] R.D. Kane, N. Sridhar, M.P. Brongers, J.A. Beavers, A.K. Agrawal, L.J. Klein, "Stress Corrosion Cracking in fuel ethanol: A recently recognized phenomenon", *Materials Performance* 44 (12), pag. 50-55, 2005.
- [15] N. Sridhar, K. Price, J. Buckingham, J. Dante, "Stress Corrosion Cracking of carbon steel in ethanol", *Corrosion* 62 (8), pag. 687-702, 2006.

CONTROL DE LAS TENSIONES RESIDUALES COMO HERRAMIENTA DE MEJORA DE LOS ALAMBRES DE PRETENSADO: 1. CARACTERIZACIÓN DE LAS TENSIONES RESIDUALES

J.M. Atienza, J. Ruiz-Hervías, M. Elices

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: jmatienza@mater.upm.es

RESUMEN

En este artículo se resume el trabajo desarrollado por los autores durante estos últimos años para mejorar el comportamiento de las armaduras activas del hormigón pretensado mediante el control de sus tensiones residuales. En esta primera parte se examinan las técnicas de caracterización de dichas tensiones, sus dificultades y limitaciones, así como la interpretación de sus resultados. Se han realizado medidas de tensiones residuales con diferentes tratamientos, utilizando difracción de rayos X, de neutrones y de radiación sincrotrón. Asimismo se han realizado simulaciones numéricas. Las microestructura de los alambres de pretensado (finas láminas de ferrita y cementita muy deformadas y alineadas según la dirección de trefilado) complican de forma importante la obtención de un perfil de tensiones residuales en estos alambres.

ABSTRACT

This paper summarizes the work done by the authors during the last years in attempting to obtain accurate measurements and simulations of the residual stresses developed in prestressed concrete wires in order to improve their performance. In this first part of the study, the characterization of the residual stress distributions is examined: residual stresses in cold-drawn wires (subjected to different treatments) have been measured by neutron, synchrotron and X-ray diffraction and also, numerical simulations have been performed. Severe plastic deformation, anisotropy and the presence of cementite make experimental measurements and simulations in this kind of wires a difficult task. Experimental and numerical difficulties, limitations of different techniques and interpretation of the measurements have been discussed.

PALABRAS CLAVE: Armaduras Activas, Acero de Pretensado, Acero Perlítico, Tensiones Residuales.

1. INTRODUCCIÓN

El alambre de acero eutectoide es el material empleado en las armaduras activas del hormigón pretensado, en los cables de la minería y de la industria pesquera y, como hilos muy finos, en la industria del automóvil para el refuerzo de neumáticos. Estos alambres se obtienen mediante una técnica de conformado llamada trefilado, que consiste esencialmente en reducir las dimensiones de una barra por estirado en frío al hacerla pasar a través de unas matrices cónicas (hileras). El trefilado genera cambios importantes en la microestructura de los alambres (formada por finas láminas de ferrita y cementita), provocando una alineación de las láminas según la dirección de trefilado, una reducción del espaciado interlaminar y la aparición de una acusada textura. Como resultado de ello, el alambre final se puede definir como un material nanolaminado que alcanza una elevada resistencia mecánica, a la vez que mantiene una ductilidad y tenacidad aceptables.

Uno de los problemas aún no resuelto satisfactoriamente es la eliminación de las tensiones residuales producidas durante el trefilado. En este proceso los alambres sufren una gran deformación

plástica que no es completamente homogénea en toda la sección, lo que origina la aparición de un perfil de tensiones residuales en el producto final, con compresiones en el centro y tracciones en la superficie [1]. Desde hace tiempo se sabe que la presencia de tensiones residuales en alambres trefilados influye en su acritud y propensión a la rotura frágil [2], disminuyendo la vida en fatiga [3] y aumentando la susceptibilidad a la corrosión bajo tensión [4]. Los fabricantes conocen estos efectos dañinos y tratan de paliarlos mediante tratamientos posteriores al trefilado.

Parece, por tanto, que el control de dichas tensiones podría ser una herramienta básica para la mejora de las propiedades de los alambres. El inconveniente es que la caracterización de las tensiones residuales en esta clase de alambres sigue siendo una tarea muy complicada. En este artículo se resume el trabajo desarrollado por los autores durante estos últimos años para medir, entender y modificar las tensiones residuales con el objetivo de mejorar el comportamiento de los alambres de acero trefilado. En esta primera parte se examinan las técnicas de caracterización de dichas tensiones, sus dificultades y limitaciones, así como la interpretación de sus resultados.

2. CARACTERIZACIÓN DE LAS TENSIONES RESIDUALES EN ALAMBRES DE ACERO PERLÍTICO TREFILADO

2.1.- Principales técnicas de medida experimental

Las tensiones residuales se pueden definir como el estado de tensiones internas autoequilibradas que existe en cuerpos libres de fuerzas exteriores o restricciones actuando en su contorno [5]. En la actualidad hay disponibles un considerable número de técnicas experimentales para la medida de las tensiones residuales, que fundamentalmente se pueden clasificar en dos grupos [6]:

- Métodos mecánicos: Suelen medir la deformación elástica recuperada al producirse una relajación de las tensiones por la eliminación de parte del material. En el caso de la industria de los alambres, el método más importante es la medida de la curvatura por una eliminación de capas superficiales. Para la obtención de los valores de las tensiones en profundidad es necesario asumir como hipótesis una forma del perfil de tensiones, pero en la práctica únicamente se miden tensiones cercanas a la superficie. En general este tipo de técnicas sirven como evaluación cualitativa y control de calidad en la industria.

- Métodos de difracción: La medida de tensiones residuales por difracción está basada en la Ley de Bragg[5], que relaciona la distancia interplanar correspondiente a una familia de planos (hkl) con el ángulo de difracción producido por la reflexión para un valor dado de la longitud de onda incidente. Las deformaciones y tensiones residuales se calculan entonces relacionando la distancia interplanar medida con el valor de referencia sin tensiones d_0 [5]. Las medidas por difracción se pueden realizar en tres tipos de instalaciones:

- Difractómetros de Rayos X convencionales: existentes ya en muchos laboratorios de investigación, tienen el inconveniente de que sólo permiten obtener información de la zona superficial del material.

- Difractómetros de Neutrones: Cuentan con la ventaja de que son capaces de penetrar en el material, con lo que permiten medir tensiones residuales en profundidad, dando información de lo que sucede en un diámetro completo de los alambres.

- Sincrotrón: son Rayos X de alta intensidad (en torno a 1 millón de veces más intensos que los convencionales). La información obtenida es comparable con la de los neutrones, bajo ciertas condiciones.

Los métodos de difracción se han convertido en los más importantes y prometedores para la medida de tensiones residuales en materiales cristalinos. Entre sus ventajas destacan que tienen una alta resolución y precisión, son no destructivos y permiten conocer las tensiones residuales en cada fase de un material polifásico. Además, en muchos difractómetros ya se dispone de máquinas de tracción acopladas que permiten la medida de tensión simultánea a una carga aplicada a la muestra.

2.2.- Acero Perlítico Trefilado: Un material difícil de medir por difracción

La microestructura de los alambres de pretensado, formada por finas láminas de ferrita y cementita, complica significativamente la medida de tensiones residuales por técnicas de difracción, debido fundamentalmente a las siguientes razones:

1.- Tensiones residuales en la cementita: El principal problema para obtener las tensiones residuales en la perlita es la práctica imposibilidad de medir por difracción las tensiones en la fase cementita. Con los métodos de difracción se miden las tensiones residuales en cada una de las fases de un material polifásico. En el caso de la perlita, habría que medir por separado las tensiones en la fase ferrita y en la cementita. Para obtener las macrotensiones se utiliza la regla de las mezclas con las fracciones volumétricas de cada fase:

$$\sigma^{\text{Macro}}(r) = (1-f) \sigma^{\text{fe}} + f \sigma^{\text{c}} \quad (\text{I})$$

Siendo σ^{fe} y σ^{c} las tensiones residuales medidas para la ferrita y la cementita y f la fracción volumétrica de cementita, que suele estar en torno al 10%. El problema es que la pequeña fracción de volumen que ocupa la cementita así como su estructura ortorrómbica (con muy pocas simetrías) hacen muy complicado obtener información de sus picos de difracción (difícilmente distinguibles del ruido de fondo), aunque se utilicen tiempos de exposición más largos y mayores volúmenes de medida. Además, la mayoría de sus picos más intensos se solapan con los de la ferrita.

2.- La d_0 en la ferrita: No es difícil medir el espaciado laminar en la fase ferrita (normalmente se emplean los planos (110) y (211) que tienen picos de difracción de gran intensidad y fácilmente medibles). El problema es que para obtener las tensiones en la ferrita es necesario utilizar un valor de comparación d_0 , espaciado de referencia que representa el espaciado interplanar de la ferrita sin tensiones residuales.

La determinación de este parámetro no es un problema trivial, porque para obtener valores de deformaciones y tensiones con errores aceptables, el error en d_0 debe ser menor que el 0,01% de su valor real [5,7]. Los métodos tradicionales para obtener este valor están basados en la relajación de las tensiones residuales bien sea utilizando polvos de hierro, cortando pequeños cupones del material real o utilizando tratamientos térmicos de recocido. El problema es que con estos métodos se consigue relajar las macrotensiones pero no la totalidad de las microtensiones existentes entre las diferentes fases del material. En el caso de la perlita trefilada, su microestructura es tan fina que incluso en los pequeños cupones de material siguen existiendo un gran número de láminas de ferrita y cementita que conservarán microtensiones entre ellas. Ante las dificultades experimentales, en el caso de los materiales monofásicos se puede calcular este valor de referencia, imponiendo la condición de autoequilibrio a los perfiles de tensiones residuales. No obstante, ese método no

puede utilizarse en nuestro caso, ya que la perlita trefilada es bifásica y el perfil de tensiones de la ferrita no tiene por qué cumplir las condiciones de autoequilibrio.

Un método interesante para al menos reducir este problema es el utilizado recientemente por Ruiz et al [7] en el que muestran que si bien el valor de la componente hidrostática de las tensiones es muy sensible al error en el valor de d_0 , la componente desviadora lo es mucho menos, por lo que proponen la obtención únicamente del perfil de tensiones desviadoras, que puede resultar suficiente, sobre todo a efectos de comparar la efectividad de diferentes tratamientos.

En resumen, el problema de qué método utilizar para hallar el valor de referencia d_0 en los materiales polifásicos sigue siendo uno de los grandes caballos de batalla en el mundo de las técnicas de difracción.

3.- La anisotropía de la perlita trefilada: el trefilado genera una importante textura de fibra [110] en la fase ferrita [7], lo cual puede provocar problemas en las medidas de difracción, debido a que supone una orientación preferente de los planos que difractan, pudiendo distorsionar los difractogramas. En los últimos años se ha realizado un trabajo importante para solucionar este problema [8].

Adicionalmente, fruto de la textura generada en la ferrita y del progresivo alineamiento de las láminas de cementita según la dirección de trefilado, el alambre trefilado tiene una importante anisotropía mecánica, con la dirección longitudinal más resistente que el resto, lo cual también genera inconvenientes a la hora de simular el proceso numéricamente [1]. Aún así, la mayoría de las simulaciones numéricas encontradas en la literatura no tienen en cuenta este factor, lo que, como veremos, puede llevar a errores significativos en la determinación de las tensiones.

4.- El pequeño diámetro de los alambres: Los alambres trefilados suelen ser muy finos, haciendo muy difícil obtener puntos suficientes de medida a lo largo de un diámetro. Los volúmenes de medida de los métodos de difracción de neutrones están en torno a 1mm^3 , lo cual permite obtener un perfil de tensiones en alambres de 5mm de diámetro como es el caso de los alambres utilizados en el hormigón pretensado [7] pero no así en los usados para el refuerzo de neumáticos (la industria más importante en el trefilado de alambres), donde las dimensiones de los alambres están por debajo de 1mm de diámetro.

5.- Tratamientos no axisimétricos: La mayoría de los alambres suelen someterse a tratamientos de enrollado y enderezado que rompen la simetría axial de las tensiones, ya que las tensiones residuales son muy sensibles a cualquier procesado posterior al trefilado [1]. Normalmente en un experimento realizado en una gran instalación científica se puede obtener el perfil de

tensiones a lo largo de uno o, a lo sumo, dos diámetros. En el caso de que los perfiles no tengan simetría axial, será necesario elegir convenientemente el diámetro de medida para interpretar la información obtenida.

6.- Las pequeñas dimensiones de las muestras: Frecuentemente, ya sea por las pequeñas dimensiones de los dispositivos portamuestras que hay en los difractómetros o por los propios componentes que van a ser investigados, las medidas experimentales se realizan sobre muestras diminutas que han sufrido un proceso de corte. Los autores han mostrado que dicho proceso de corte, al generar nuevas superficies libres de tensiones, afecta al estado de tensiones residuales por lo que para evitar que la preparación de la muestra afecte a la medida es necesario utilizar probetas suficientemente largas [9].

A pesar de estas dificultades, un número importante de estudios han arrojado resultados interesantes sobre las tensiones residuales en esta clase de alambres [8,10-16]. Se han medido tensiones residuales en la fase ferrita y se han realizado esfuerzos importantes, utilizando la difracción de rayos X, de neutrones y la radiación sincrotrón para medir en fase cementita llegando a obtener estimaciones del promedio global de tensiones en la cementita en la sección. No obstante, al inicio de esta investigación, una medida experimental de un perfil de tensiones residuales a lo largo de un diámetro de un alambre de acero perlítico trefilado no se había comparado nunca con los resultados de las simulaciones numéricas.

3. TENSIONES RESIDUALES EN ALAMBRES “DE LABORATORIO”

Dadas las dificultades expuestas, antes de emprender la caracterización de las tensiones residuales en alambres de pretensado trefilados industrialmente, consideramos la necesidad de realizar un importante esfuerzo para calibrar las técnicas experimentales y numéricas. Para ello se fabricaron de forma controlada dos alambres especiales: uno de ellos completamente ferrítico (una sola fase) y el otro perlítico (dos fases), de 20 mm de diámetro. Ambos se sometieron al paso a través de una matriz de trefilado de geometría conocida. El propósito de utilizar un alambre de tan grandes dimensiones y trefilarlo sólo a través de una matriz era permitir la obtención de suficientes puntos experimentales a lo largo de un diámetro para definir correctamente el perfil de tensiones y también intentar medir las tensiones en la cementita, al no haber sufrido el material una gran deformación. Además, para evitar cualquier cambio en las tensiones residuales, los alambres se mantuvieron rectos en todo momento. Los resultados principales de este trabajo se resumen a continuación:

3.1.- Alambres Ferríticos (una única fase)

Alambres rectos de 20 mm de diámetro y 6 metros de longitud de un acero completamente ferrítico (0.04%C) fueron trefilados en una pasada hasta un diámetro final

de 18 mm (reducción del 20% en área). Se midieron las tensiones residuales en los alambres trefilados por difracción de rayos X y neutrones. Las medidas de neutrones fueron realizadas por un equipo del Instituto de Ciencia de Materiales de Madrid (CSIC) [17] en el reactor NFL-Studsvik en Suecia, con el difractómetro REST. Las medidas con rayos X se realizaron en el Depto de Ciencia de Materiales (UPM), con un analizador Rigaku Strainflex. En la referencia [17] se pueden encontrar detalles de estas medidas y de estas técnicas de difracción. El proceso de trefilado se simuló numéricamente mediante el método de los elementos finitos. Una descripción detallada del modelo aparece en la referencia [1]. Los datos iniciales para reproducir el trefilado fueron la curva tensión-deformación del material antes de trefilar y la geometría de la matriz de trefilado.

En la figura 1 se comparan las medidas experimentales de las tensiones residuales a diferentes profundidades con los valores del perfil de tensiones calculados por el método de elementos finitos a lo largo de un diámetro. Como se puede apreciar, los resultados de la simulación numérica se corresponden muy bien con las medidas experimentales por difracción de neutrones (en el interior del alambre) y por difracción de rayos X (en la superficie).

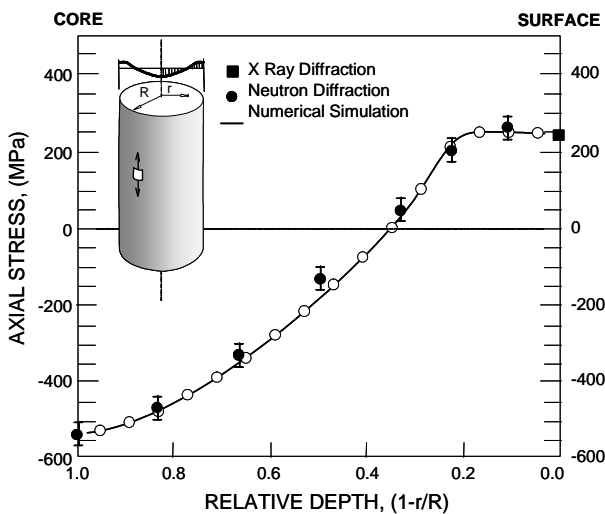


Figura 1. Perfil de tensiones residuales axiales a lo largo de un diámetro en el alambre ferrítico trefilado. Comparación entre las medidas con neutrones y rayos X y las simulaciones numéricas [17].

3.2.- Alambres Perlíticos (dos fases)

Alambres rectos (20 mm de diámetro y 6 m de longitud) de acero perlítico (0.75-0.80%C) fueron trefilados en un paso hasta un diámetro final de 18 mm (20% de reducción en área). Las tensiones residuales en la sección transversal del alambre trefilado se determinaron tanto en la fase ferrita como en la cementita. Para ello se realizaron medidas en el difractómetro de neutrones de REST (NFL-Studsvik,

Suecia) y también se utilizó la radiación sincrotrón de alta energía, llevándose a cabo las medidas en la línea ID15A del Sincrotrón ESRF (Grenoble, Francia). Más detalles se pueden encontrar en la referencia [18]. Las macro tensiones en el material perlítico se determinaron a partir de la regla de la mezclas utilizando las tensiones medidas experimentalmente en cada fase, corregidas con el porcentaje relativo de cada una (90% ferrita y 10% cementita). Los perfiles de tensiones en cada fase y de macro tensiones se muestran en la figura 2. Como se aprecia en la figura, aunque la fracción volumétrica de la cementita es pequeña, al representar la fase dura, sus tensiones son un orden de magnitud superior a las existentes en la ferrita, por lo que no se puede despreciar su contribución a las macro tensiones del material perlítico.

El modelo numérico utilizado para el material ferrítico se utilizó también para simular el trefilado en este caso. Cuando se compararon los resultados con los obtenidos experimentalmente, se comprobó que las predicciones numéricas eran buenas a la hora de predecir la forma del perfil de tensiones pero los valores de tensiones obtenidos sobrestimaban las tensiones reales. Para tratar de corregir esto se introdujo una corrección que tuviera en cuenta la anisotropía de la perlita trefilada [19], producida por el progresivo alineamiento de las láminas de cementita según la dirección de trefilado [20,21].

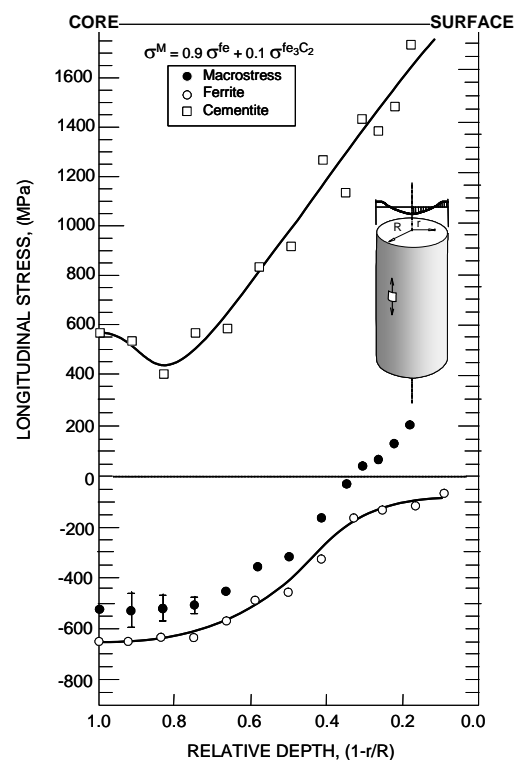


Figura 2. Perfil de tensiones residuales axiales en ferrita y cementita medido a lo largo de un diámetro en el alambre perlítico trefilado. Las macro tensiones en el material perlítico se han determinado a partir de las tensiones medidas en cada fase utilizando la regla de las mezclas (90% ferrita y 10% cementita) [18].

Los resultados experimentales y los de la simulación numérica por elementos finitos para las macro tensiones residuales se comparan en la figura 3, mostrando una buena correspondencia. También se muestran en dicha figura los resultados de la simulación numérica con el modelo de elementos finitos isótropo que, como se puede apreciar, sobrestimaba el perfil de tensiones residuales. Así pues, tener en cuenta la anisotropía generada en los alambres por el trefilado no varía la forma de los perfiles de tensiones residuales, pero sí los valores obtenidos de las tensiones. Ésta es la primera vez en que el perfil de tensiones residuales a lo largo de un diámetro se compara entre medidas experimentales y simulaciones numéricas para esta clase de material [19].

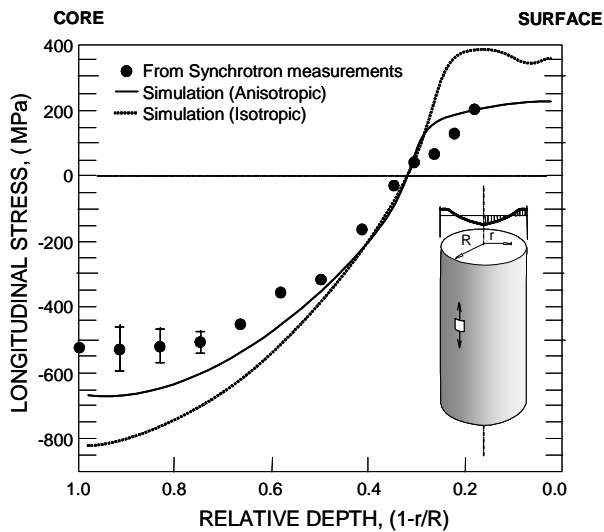


Figura 3. Perfil de macro tensiones residuales a lo largo de un diámetro en el alambre perlítico trefilado [19]. Comparación entre las medidas experimentales y los resultados del modelo numérico isótropo y anisótropo.

4. TENSIONES RESIDUALES EN ALAMBRES INDUSTRIALES

Una vez calibrados los métodos y exploradas las posibilidades de las técnicas de difracción para la caracterización de las tensiones residuales en los alambres perlíticos, el gran reto era la caracterización de las tensiones residuales en alambres industriales (que han pasado por 7 o más matrices de trefilado). A lo largo de este trabajo se han realizado medidas experimentales y simulaciones numéricas sobre un número considerable alambres con diferentes perfiles de tensiones residuales, que han permitido estudiar la influencia de las mismas en las propiedades mecánicas finales de los alambres. Este aspecto del trabajo será resumido en la segunda parte de este artículo. Los resultados obtenidos con las técnicas de difracción han sido fundamentales para la realización del estudio y, como esperábamos, nos han permitido detectar todos los efectos que se pretendía poner de manifiesto, pero también hay que señalar que, en todo momento, nos tuvimos que enfrentar a dos grandes problemas, ya comentados, que resultan difíciles de solventar y complican la interpretación de los resultados:

- Con los medios actuales resulta casi imposible obtener un perfil de espaciados interplanares en la fase cementita. En otras palabras, hoy en día no se pueden medir experimentalmente las tensiones residuales en la fase cementita en alambres tan finos y tan “trabajados”.
- La obtención precisa del valor de referencia d_0 para la ferrita sigue siendo un problema sin resolver en las técnicas de difracción.

En estas condiciones parece que a lo que se puede aspirar con los métodos de difracción es a dar un perfil preciso de tensiones desviadoras en la fase ferrita. En el caso de que estemos comparando la efectividad de distintos tratamientos sobre un mismo material, dicho perfil ofrece una información muy interesante [7]. No obstante, es difícil convencer a la industria de que esto resuelve el problema. No hay que olvidarse que en el caso de los alambres de pretensado, las tensiones residuales no son importantes en sí mismas, sino en la medida en que se suman a las tensiones de servicio para determinar tensiones finales que va a estar aguantando el material en su vida en servicio. Desde ese punto de vista, la industria está demandando el perfil de macro tensiones residuales y, si fuera posible, que fuéramos capaces de predecir ese perfil final de tensiones en servicio.

Uno de los aspectos en que más ha evolucionado el equipamiento de los difractómetros para medida de tensiones residuales en los últimos años ha sido en la disponibilidad de máquinas que permiten simular procesos de carga en las muestras mientras se miden las tensiones. En opinión de los autores, estas técnicas pueden ser aprovechadas para solventar algunas de las limitaciones de los métodos de difracción actuales, al permitir obtener relaciones entre las macro tensiones producidas al someter a la probeta a una carga conocida y lo que realmente se puede medir en las técnicas de difracción, que es el incremento de la distancia interplanar en la ferrita.

Una de las grandes preocupaciones de estos investigadores ha sido buscar una forma de estimar el perfil de macro tensiones residuales a partir de los datos medibles en la actualidad, para de esta forma ser capaces de responder al problema de partida: cuáles son las tensiones que aguantará en servicio la armadura. Recientemente, los autores [22] han propuesto un método para obtener las macro tensiones residuales a partir del perfil de espaciados interplanares medidos en la fase ferrita a lo largo de un diámetro, sin necesidad de conocer el perfil de la cementita ni asumir ningún d_0 en la ferrita. Más aún, el método permite también estimar los perfiles de tensiones en servicio, que es el dato fundamental para los alambres de pretensado.

Como se ha mostrado, a pesar de sus limitaciones, los métodos de difracción son los más poderosos para afrontar la medida de tensiones residuales y una herramienta muy útil para la optimización del procesamiento de los alambres [23].

5. CONCLUSIONES

El conocimiento y control del perfil de tensiones residuales es una herramienta fundamental para optimizar el procesado y las propiedades de los alambres de pretensado. Hoy en día se dispone de técnicas poderosas para afrontar este problema, tanto desde el punto de vista numérico como experimental, pero para una interpretación correcta de los resultados es necesario ser consciente de sus dificultades y limitaciones. Este artículo ha tratado de resumir la experiencia de los autores en este campo, fruto del intenso trabajo desarrollado en los últimos años.

AGRADECIMIENTOS

Los autores desean mostrar su agradecimiento al apoyo del Ministerio de Ciencia y Tecnología (proyecto FEDER UPM 00.33.004) y al Ministerio de Fomento (proyecto "Durabilidad de armaduras activas en estructuras de hormigón pretensado"). También desean mostrar su gratitud a D. Luis del Pozo, de EMESA TREFILERÍA S.A., por su ayuda y sus útiles comentarios y, en especial, a los profesores F. Mompeán, M. García Hernández, M. Martínez (ICMM) por su ayuda con las medidas por difracción.

REFERENCIAS

- [1] Atienza, J.M., "Residual stresses in cold drawn steel wires". PhD Thesis, 230 pages, UPM, Spain, 2001.
- [2] Elices, M., "Influence of residual stresses in the performance of cold-drawn pearlitic wires," *Journal of Materials Science*, 39(12), pp 3889-3899, 2004.
- [3] J. Llorca and V. Sánchez-Gálvez, "Fatigue limit and fatigue life prediction in high strength cold drawn eutectoid steel wires", *Fatigue & Fracture Engineering Materials & Structures*, 12, pp 31-45, 1989.
- [4] J.M. Atienza, J. Ruiz-Hervias, L. Caballero, and M. Elices, "Residual stresses and stress corrosion in cold drawn eutectoid steel wires," *Wire Journal International*, pag. 53-57, june 2007.
- [5] I.C. Noyan and J.B. Cohen, *Residual Stress: Measurement by Diffraction and Interpretation*, Springer-Verlag, Berlin, Germany, 1987.
- [6] P.J. Withers and H.K.D.H. Bhadeshia, "Residual stress. Part 1-Measurement techniques", *Materials Science and Technology*, 176, pp 355-365, 2001.
- [7] Ruiz-Hervias, J., Luzin, V., Prask, H., Gnaeupel-Herold, T., Elices, M. "Effect of thermo-mechanical treatments on residual stresses measured by neutron diffraction in cold-drawn steel rods." *Material Science and Engineering*, vol. 435-436, pp. 725-735, 2006.
- [8] K. Van Acker, J. Root, P. Van Houtte and E. Aernoudt, "Neutron diffraction measurement of the residual stress in the cementite and ferrite phases of cold drawn steel wires", *Acta Materialia*, 44, pp 4039-4049, 1996.
- [9] Ruiz, J, Atienza JM, Elices M. "Residual stresses in wires: influence of wire length". *Journal of Materials Engineering and Performance* vol 12, n°4, pp 480-489, 2003.
- [10] E.C. Oliver, M.R. Daymond and P.J. Withers, "Interphase and intergranular stress generation in carbon steels", *Acta Materialia*, 52, pp 1937-1951, 2004.
- [11] P.F. Willemse, B.P. Naughton and C.A. Verbraak, "X-ray residual stress measurement on cold drawn steel wire", *Material Science and Engineering*, 56, pp 25-37, 1982.
- [12] P. Renz, W. Steuff and R. Kopp, "Possibilities of influencing residual stresses in drawn wires and bars", *Wire Journal International*, pp. 64-69, January 1996.
- [13] J. Gerhardt, and A.E. Tekkaya, "Applications of the finite element method on the determination of the residual stresses in drawing and extrusion", *Computational Plasticity*, pp. 1037-1050, Barcelona 1997.
- [14] K. Sawamiphakdi, P.K. Kropp and G.D. Lahoti, "Investigation of residual stresses in drawn wire by the finite element method", *Journal Engineering Materials & Technology*, 112, pp 231-235, 1990.
- [15] R. Wintholz and J.B. Cohen, "Load sharing of the phases in 1080 steel during low-cycle fatigue", *Metallurgical Transactions 23A*, pp 341-354, 1992.
- [16] M.R. Daymond and H.G. Priesmeyer, "Elastoplastic deformation of ferritic steel and cementite studied by neutron diffraction and self-consistent modeling", *Acta Materialia*, 50, pp1613-1626, 2001.
- [17] J.M. Atienza, M.L. Martinez-Perez, J. Ruiz-Hervias, F.J. Mompean, M. Garcia-Hernandez and M. Elices, "Residual stresses in cold drawn ferritic rods", *Scripta Materialia*, 52, pp 305-309, 2005.
- [18] M.L. Martinez-Perez, F.J. Mompean, J. Ruiz-Hervias, C.R. Borlado, J.M. Atienza, M. García-Hernandez, M. Elices, J. Gil Sevillano, Ru Lin Peng and T. Buslaps, "Residual stress profiling in the ferrite and cementite phases of cold-drawn steel rods by synchrotron X-ray and neutron diffraction", *Acta Materialia*, 52, pp 5303-5313, 2004.
- [19] J.M. Atienza, J. Ruiz-Hervias, M.L. Martínez-Perez, F.J. Mompeán, M. García-Hernandez and M. Elices, "Residual stresses in cold drawn pearlitic rods", *Scripta Materialia*, 52, pp 1223-1228, 2005.
- [20] J. Gil Sevillano, "Room temperature plastic deformation of pearlitic cementite", *Material Science & Engineering*, 21, pp 221-225, 1975.
- [21] J. Gil Sevillano, P. Van Houtte and E. Aernoudt, "Plastic anisotropy of pearlitic ferrite", In *Proceedings ICOTOM 5*, Gotstein G, Lücke K. Eds Springer Verlag, II, pp 495-504, 1978.
- [22] J.M. Atienza, J. Ruiz-Hervias, M. Elices, E.C. Oliver. "Residual and service macrostresses in cold drawn eutectoid steel wires". *Material Science & Engineering*, enviado.
- [23] J. Ruiz-Hervias, J.M. Atienza, M. Elices and E.C. Oliver, "Optimisation of post-drawing treatments by means of neutron diffraction", *Materials Science and Engineering*, in press 2007.

CONTROL DE LAS TENSIONES RESIDUALES COMO HERRAMIENTA DE MEJORA DE LOS ALAMBRES DE PRETENSADO: 2. OPTIMIZACIÓN DE LAS PROPIEDADES MECÁNICAS

J.M. Atienza, J. Ruiz-Hervías, M. Elices

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: jmatienza@mater.upm.es

RESUMEN

En este artículo se resume el trabajo desarrollado por los autores durante estos últimos años para mejorar el comportamiento de las armaduras activas del hormigón pretensado mediante el control de sus tensiones residuales. En esta segunda parte se analiza la influencia que tienen las tensiones residuales en las tres propiedades mecánicas básicas para las armaduras activas (ensayo de tracción, ensayo de relajación y ensayo de corrosión bajo tensión) y cómo modificando las mismas se pueden mejorar sus prestaciones. Adicionalmente, se propone un tratamiento que genera tensiones residuales de compresión en la superficie de los alambres, mejorando su comportamiento a corrosión bajo tensión, lo cual podría ser muy útil dados los problemas de durabilidad que están afectando a las estructuras pretensadas construidas en la proximidad de ambientes agresivos (por ejemplo, agua marina).

ABSTRACT

This paper summarizes the work done by the authors during the last years in attempting to obtain accurate measurements and simulations of the residual stresses developed in prestressed concrete wires. In this second part, the influence of residual stresses on the mechanical properties have been studied considering the three tests required by standards: tensile, stress relaxation and stress corrosion tests. Research shows that environmentally assisted cracking can be improved significantly by changing the surface residual stresses produced by wire drawing. In addition, in this study a post-drawing treatment to generate compressive residual stresses at the surface of the wires is proposed. Knowledge of residual stress profiles can be used to improve the performance of the wires by optimizing the processing.

PALABRAS CLAVE: Armaduras Activas, Hormigón Pretensado, Corrosión bajo tensión, Tensiones Residuales.

1. INTRODUCCIÓN

El hormigón pretensado se descubrió en el siglo pasado y hoy en día ya empezamos a tener experiencia de estructuras pretensadas (fundamentalmente puentes) construidas hace aproximadamente medio siglo. En principio, se creyó que estas estructuras iban a ser suficientemente duraderas y con unos costes de mantenimiento despreciables. No obstante, a lo largo de los años han aparecido bastantes casos de deterioro producido por el ataque con cloruros, especialmente en la proximidad de ambientes marinos. La mayoría de estos deterioros se han producido por la corrosión y corrosión bajo tensión de las armaduras activas y pasivas de las estructuras.

Las tensiones residuales, generadas en su proceso de fabricación, influyen de forma significativa en el comportamiento mecánico de los alambres de pretensado [1], pudiendo favorecer, por ejemplo, la corrosión bajo tensión de las armaduras [1-4]. Los fabricantes conocen estos efectos dañinos y tratan de paliarlos mediante tratamientos posteriores al trefilado. El inconveniente es que la caracterización de estas tensiones sigue siendo un problema muy complicado.

En este artículo se resume el trabajo desarrollado por los autores durante estos últimos años para mejorar el comportamiento de las armaduras activas del hormigón pretensado mediante el control de sus tensiones residuales. En la primera parte [5] se han discutido las técnicas de caracterización de las tensiones residuales, mostrando que hoy en día se dispone de técnicas poderosas para afrontar este problema, tanto desde el punto de vista numérico como experimental.

En esta segunda parte se analiza la influencia que tienen las tensiones residuales en los tres ensayos mecánicos requeridos por las normas para las armaduras activas (ensayo de tracción, ensayo de relajación y ensayo de corrosión bajo tensión) y cómo modificando las mismas se pueden mejorar sus prestaciones. Para ello se han clasificado los alambres en tres grupos, en función del signo de las tensiones residuales en su superficie (tracciones, compresiones o nulas) y se ha comparado el comportamiento de los distintos grupos en los tres ensayos.

Se muestra que el control de las tensiones residuales es una herramienta fundamental para la optimización de los tratamientos y la mejora de las propiedades mecánicas de los alambres de pretensado.

2. EL PERFIL DE TENSIONES RESIDUALES DE LOS ALAMBRES DE PRETENSADO

A lo largo de este trabajo se ha estudiado el comportamiento de un gran número de alambres con distintos perfiles de tensiones residuales [5-11]. Atendiendo a las tensiones en su superficie (parámetro fundamental, ya que es el que se puede medir con los difractómetros de rayos X [5] disponibles hoy en muchos laboratorios y, como veremos, tiene una influencia decisiva en el comportamiento a corrosión), se pueden dividir en tres grandes grupos, según tengan en su superficie tensiones residuales de tracción, de compresión o nulas:

a) Alambres con tensiones de tracción en la superficie: Trefilados (*As Drawn*)

El proceso de fabricación por trefilado [10] de las armaduras activas genera en el alambre una gran deformación plástica que no es completamente homogénea en toda la sección, lo que origina la aparición de un perfil de tensiones residuales en el producto final, con compresiones en el centro y tracciones en la superficie, tanto en dirección axial como tangencial (Figura 1) [10].

b) Alambres sin tensiones residuales: Estabilizados (*Stabilized*)

El procedimiento industrial para eliminar las tensiones residuales consiste en someter al alambre trefilado a un tratamiento termomecánico de alivio de tensiones, propio de la industria del pretensado y conocido con el nombre de estabilizado. El estabilizado consiste en dar un tratamiento térmico al alambre durante un tiempo muy corto (del orden de segundos) manteniendo aplicada, simultáneamente, una carga de tracción importante. No obstante, los parámetros concretos del tratamiento siguen dependiendo de cada empresa. El estabilizado es un tratamiento muy eficaz para eliminar las tensiones residuales (Figura 1) y mejora de forma importante el comportamiento de los alambres en relajación. Hoy en día, ha sustituido al resto de tratamientos térmicos de alivio de tensiones y los alambres “estabilizados”, también llamados “de baja relajación”, son prácticamente los únicos alambres utilizados para las armaduras activas del hormigón pretensado [10].

c) Alambres con tensiones de compresión en la superficie: Laminados (*Rolled or Laminated*)

Para obtener compresiones en la superficie se utilizan tratamientos mecánicos superficiales (laminados, paso a través de matrices especiales,...) con efectos similares a los producidos por el tratamiento de “shot peening” en la industria aeronáutica; algo parecido a un masaje que genera una pequeña plastificación superficial y cambia completamente el perfil de tensiones residuales [10], generando tracciones en el centro del alambre e importantes compresiones en su superficie (Figura 1).

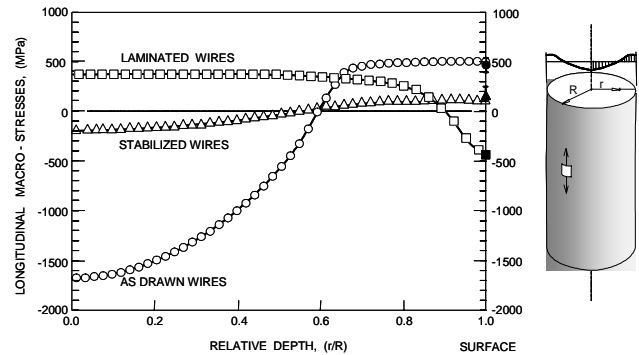


Figura 1. Forma típica de los perfiles de tensiones residuales en un diámetro del alambre inmediatamente después del procesado (Trefilado), tras un tratamiento de eliminación de tensiones (Estabilizado) y después de un tratamiento superficial (Laminado).

3. LAS TENSIONES RESIDUALES Y EL ENSAYO DE TRACCIÓN

Los autores han mostrado que la presencia de tensiones residuales puede modificar significativamente la curva tensión-deformación de un alambre de pretensado [12]. En un ensayo de tracción sobre un material sin tensiones residuales (Figura 2a), la probeta se va cargando de forma elástica y uniforme hasta alcanzar, en toda la sección a la vez, su límite de elasticidad, momento a partir del cual comenzará a plastificar y se perderá la proporcionalidad de la ley tensión-deformación.

La existencia de un perfil de tensiones residuales longitudinales con tracciones en la superficie y compresiones en el centro del alambre, provoca que, en el ensayo de tracción, el material comience a plastificar en la zona superficial a tensiones inferiores a las que cabría esperar para el material sin tensiones residuales (figura 2b). Esta plastificación parcial en la zona superficial hace disminuir el límite de proporcionalidad y el límite elástico convencional del alambre, sin afectar de forma importante a la tensión de rotura. Conviene llamar la atención sobre el hecho de que la plastificación en la superficie puede suceder aunque el nivel de tracciones siga siendo muy bajo en el centro del alambre, el cual incluso puede estar sometido todavía a compresiones.

Esto se ve claramente reflejado si comparamos las curvas tensión-deformación de un alambre trefilado sin ningún tratamiento posterior (nivel alto de tensiones residuales) y un alambre estabilizado, al que se le han eliminado la mayor parte de las tensiones residuales (Figura 3). El alambre con tensiones residuales pierde la linealidad antes. Se aprecia que la disminución de las tensiones residuales provoca un aumento del límite de proporcionalidad y el límite elástico mientras que la tensión de rotura se mantiene en los mismos niveles.

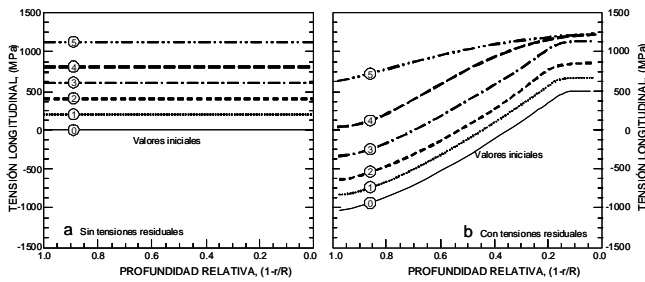


Figura 2.- Tensiones longitudinales en función de la profundidad relativa durante un ensayo de tracción: a.- Alambre sin tensiones residuales. b.- Alambre con tensiones residuales debidas al trefilado. Las tensiones en las dos figuras se corresponden con los mismos pasos de carga [12].

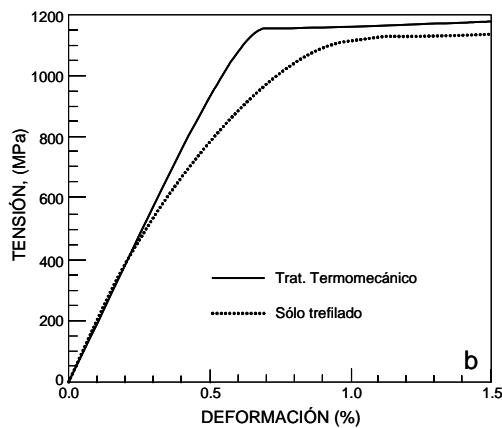


Figura 3.- Influencia de las tensiones residuales en la curva tensión-deformación de un alambre trefilado. Comparación de un ensayo de tracción de un alambre trefilado (con altas tensiones residuales) y uno estabilizado (con tratamiento termomecánico de eliminación de tensiones).

Las distintas normas internacionales (ASTM-A421-91, BS-2691, Model Code CEB-FIP, EHE-UNE 36094) [13] controlan las tensiones residuales de forma indirecta, estableciendo que los alambres de acero para pretensar deben cumplir que la relación $\sigma_{0,2\%}/\sigma_{\max}$ entre su límite elástico al 0,2% y su tensión máxima debe estar entre 0,85-0,95. La exigencia de un límite inferior para esta relación se justificó empíricamente en que los alambres de bajo límite elástico presentan una serie de inconvenientes [12]:

- Fuertes pérdidas por relajación.
- Imprecisión en la correspondencia entre tensiones y alargamientos durante el tesado.
- Alargamientos excesivos al introducir las cargas del pretensado.

Los resultados obtenidos en este trabajo justifican la exigencia de un límite inferior para la relación $\sigma_{0,2\%}/\sigma_{\max}$ por la necesidad de controlar el estado de tensiones residuales generado en el alambre.

En resumen, desde el punto de vista del ensayo de tracción, el mejor alambre será aquél que tenga menores tensiones residuales. La existencia de un perfil de tensiones residuales, bien sea con tracciones o con compresiones en la superficie provocará que el alambre comience a plastificar antes en algunas regiones, con la consiguiente pérdida de linealidad de la curva tensión-deformación [12].

4. LAS TENSIONES RESIDUALES Y EL ENSAYO DE RELAJACIÓN

En el hormigón pretensado, las armaduras activas son las encargadas de suministrar la fuerza de pretensado al hormigón y para ello se las somete a una tensión de tracción inicial muy elevada. Sin embargo, esta tensión disminuye paulatinamente por diferentes causas, entre ellas la relajación de las armaduras. Esta pérdida de tensión se traduce en una disminución de la fuerza de pretensado y consecuentemente en una menor seguridad de la estructura. Así pues, la relajación de tensiones de las armaduras activas es muy importante en este tipo de estructuras, lo que hace que los códigos de diseño hayan propuesto unas recomendaciones para mantener estas pérdidas dentro de unos márgenes seguros.

Normalmente, las pérdidas de relajación se miden mediante unos ensayos estandarizados, cuyos resultados deben ser aportados por el fabricante para la aceptación de las armaduras. Por ejemplo, los alambres que tienen unas pérdidas inferiores al 2,5% de la tensión inicial (después de 1000 horas, cuando se someten al 70% de su resistencia a tracción) se llaman alambres de baja relajación y son los exigidos por la Norma en la actualidad [13].

Los autores han mostrado que alambres con la misma composición, microestructura y similares propiedades mecánicas, pueden tener comportamientos muy diferentes en el ensayo de relajación si sus perfiles de tensiones residuales son diferentes [14,15]. La explicación hay que buscarla en la influencia de la carga inicial. En la figura 4a se muestra las pérdidas por relajación en un alambre sin tensiones residuales (Estabilizado) al cabo de 1.000 horas, en función de la carga inicial con la que se haya solicitado al alambre. Como se puede apreciar las pérdidas son pequeñas en un rango importante de cargas iniciales, hasta que nos acercamos al límite elástico del material (85-90% de la carga de rotura), donde aumentan de forma muy importante.

Si representamos la misma figura (4.b) para alambres con tensiones residuales (Trefilado y Laminado) se puede comprobar que el comportamiento es bastante diferente. Ya no existe un quiebro significativo en torno al límite elástico del material y las pérdidas son mucho mayores que en el alambre sin tensiones residuales cuando la carga inicial es inferior al límite elástico (85% de la carga de rotura), mientras que se hacen similares a altas cargas iniciales (superiores al 90% de la carga de rotura).

La explicación se puede encontrar en la distribución de tensiones reales que hay en la sección transversal del alambre al principio del ensayo de relajación. En el caso del alambre sin tensiones residuales, la carga se distribuye uniformemente en toda la sección, por lo que el alambre estará relajando igual en todos los puntos, al estar todos cargados a la misma tensión inicial. Sin embargo, en el alambre con tensiones residuales iniciales, al cargarlo la distribución de tensiones en la sección no va a ser uniforme. El resultado es que la relajación global del alambre será la suma de las relajaciones que tenga en sus distintas zonas, que no van a estar cargadas a la misma tensión inicial. En concreto, en un ensayo normalizado (tensión inicial 70% de la carga de rotura), las zonas interiores de alambre relajarán como si la tensión inicial del ensayo fuera muy inferior al 70% y sin embargo la zona superficial lo hará como si la carga estuviera cercana al límite elástico. La suma de todas esas relajaciones nos da la relajación del alambre. Como se puede apreciar, esto explica que ya no exista un quiebro importante a cargas próximas al límite elástico, porque la tensión de plastificación ya no se alcanza a la vez en toda la sección.

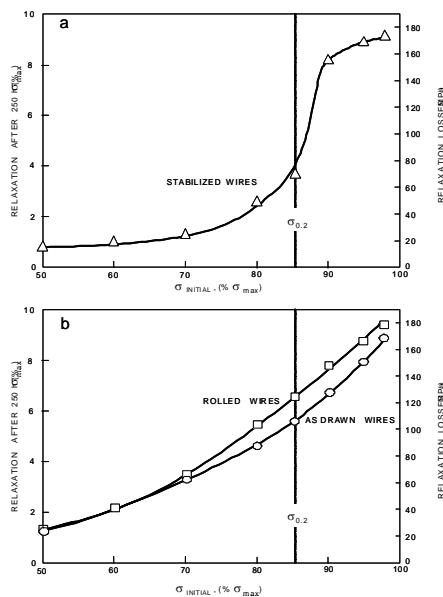


Figura 4. Pérdidas por relajación al cabo de 1000 horas, en función de la carga inicial [15].

En resumen: Dos alambres de acero con similares propiedades mecánicas (límite elástico, tensión de rotura y alargamiento bajo carga máxima) pero con diferentes niveles de tensiones residuales exhibirán comportamientos diferentes en relajación. Desde el punto de vista del ensayo de relajación, el mejor alambre será de nuevo el Estabilizado. La existencia de un perfil de tensiones residuales, bien sea con tracciones o con compresiones en la superficie provocará que aumenten sus pérdidas por relajación (Figura 5) [15].

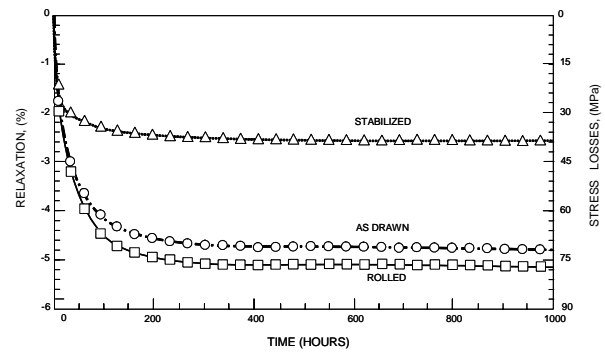


Figura 5.- Curvas de relajación para los tres tipos de alambres obtenidas en el ensayo de relajación normalizado: carga inicial 70% de la resistencia [15].

5. LAS TENSIONES RESIDUALES Y EL ENSAYO DE CORROSIÓN BAJO TENSIÓN

El fenómeno de la corrosión bajo tensión consiste en que bajo la acción combinada de la tensión y el ambiente agresivo se generan fisuras en los alambres que pueden crecer con tensiones del orden de la tensión de trabajo y provocar la rotura de las armaduras. Se trata de una cuestión de gran importancia, tanto desde el punto de vista de la seguridad estructural, porque implica una pérdida de capacidad resistente en el material con el consiguiente riesgo de rotura catastrófica, como desde el punto de vista económico, por la necesidad del mantenimiento de los elementos dañados, lo que encarece los costes de conservación.

El ensayo en tiocianato amónico propuesto por la FIP en 1978 continúa siendo en la actualidad la única forma válida para el control y la aceptación de estos aceros, pero tiene el inconveniente de la dispersión en el tiempo de rotura. Esto se ve influenciado por la presencia de tensiones residuales en los alambres. El daño superficial que puede provocar variaciones en los tiempos de fractura por fragilización por hidrógeno debería tener una profundidad del orden de 0.1 mm o menos [4]. Las tensiones residuales existentes en esa zona tendrán una influencia fundamental al sumarse a la carga que reciba el alambre.

Se ha detectado una buena correlación entre las tensiones residuales en la superficie de los alambres y los tiempos de rotura medidos en los ensayos FIP. Los resultados obtenidos [2-4] pueden resumirse en los siguientes puntos:

a.- Las diferencias en los tiempos de rotura en alambres perlíticos —con la misma microestructura, calidad superficial y propiedades mecánicas— parecen deberse a las diferencias en los perfiles de tensiones residuales. Los alambres inmediatamente después del proceso de trefilado tienen altas tensiones residuales de tracción en la superficie, por lo que presentan tiempos de rotura menores que los alambres del mismo tipo que han sufrido algún tratamiento posterior de eliminación de tensiones, como se muestra en la figura 6.

b.- La carga inicial en el ensayo FIP78 es del 80% de la tensión de rotura. Se trata de una carga muy alta que puede enmascarar el efecto de las tensiones residuales, porque la combinación de las cargas externas y las tensiones residuales pueden superar la tensión de plastificación en las capas más exteriores del alambre; a partir de ese momento, el aumento de la carga exterior difícilmente puede aumentar las tensiones que está soportando la piel del alambre (donde se supone que va a iniciarse la rotura) porque ya está plastificada. Este efecto se puede observar al realizar ensayos de corrosión bajo tensión con diferentes cargas iniciales (Figura 6).

c.- La dispersión en los tiempos de rotura para un mismo tipo de alambre es un problema bien conocido que genera incertidumbre en la interpretación de los resultados de los ensayos FIP78. Se conocen diversas fuentes de dispersión, entre ellas la presencia de defectos en la superficie de los alambres. Las tensiones residuales también tienen influencia en esta dispersión. En medidas experimentales de tensiones residuales realizadas por los autores se han observado diferencias del orden de 150 MPa en distintos puntos de la superficie de una misma probeta.

d.- Los resultados de los ensayos de corrosión bajo tensión muestran que el mejor tratamiento es el que genera tensiones de compresión en la superficie, provocando una mejora significativa de la durabilidad del material en condiciones agresivas (Figura 6). Esto es debido a que la zona superficial es la que determina el inicio de la fisuración y define el comportamiento final del alambre a corrosión bajo tensión. Por tanto, el mejor comportamiento se obtiene generando compresiones importantes en esa zona, que reduzcan la tensión final a que va a estar sometida la armadura. En vista de los importantes problemas de durabilidad que presentan los tendones activos de las estructuras pretensadas construidas en la proximidad de ambientes agresivos, consideramos que podría ser interesante utilizar un tratamiento de este tipo cuando se fueran a emplear en esas condiciones.

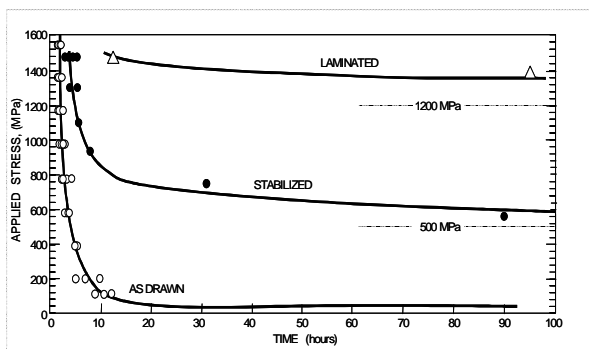


Figura 6.- Tiempos de rotura en el ensayo de fragilización por hidrógeno con tiocianato amónico FIP78 para los tres tipos de alambres, en función de la carga inicial del ensayo [3-4].

6. DISCUSIÓN Y CONCLUSIONES

En los apartados anteriores se han resumido los principales resultados del trabajo llevado a cabo en los últimos años por los autores sobre la medida, control e importancia de las tensiones residuales en las propiedades de las armaduras activas del hormigón pretensado.

Se ha mostrado que las tensiones residuales tienen una importancia fundamental en el comportamiento mecánico de las armaduras y que, aún con sus limitaciones, hoy en día existen técnicas experimentales y numéricas para caracterizarlas.

Todo parece indicar que en los próximos años los códigos (p.ej. Model Code de la *fib*) empezarán a exigir que se midan las tensiones residuales en la superficie de los alambres, controlando que sean inferiores a un determinado valor.

En vista de los problemas de corrosión bajo tensión que siguen presentando las armaduras activas, incluso los alambres de baja relajación, la cuestión que queda entonces pendiente es si somos o no capaces de mejorar su durabilidad en entornos agresivos.

Los resultados de nuestro trabajo muestran que es posible mejorar la susceptibilidad a la corrosión bajo tensión de las armaduras, induciendo tensiones residuales de compresión en la superficie. El problema es que, como vimos en los apartados 3 y 4, generar tensiones residuales, en vez de eliminarlas, empeoraría el comportamiento en el ensayo de tracción y sobre todo en el ensayo de relajación. Es decir, podríamos conseguir alambres con mucho mejor comportamiento en ambientes agresivos, pero no serían de baja relajación.

Dicho de otra forma: no se pueden optimizar todas las propiedades a la vez, porque la relajación y el ensayo de tracción dependen de lo que sucede en toda la sección del alambre, mientras que la corrosión depende de las condiciones de su superficie. Es necesario elegir el tratamiento adecuado en función de los requisitos y condiciones de trabajo que vayan a experimentar los alambres. Esto también debería ser tenido en cuenta por los pliegos de condiciones, ya que determinadas exigencias pueden resultar incompatibles.

En opinión de los autores, en vista de los problemas de durabilidad existentes, podría ser interesante preparar calidades especiales de alambre que, aunque con mayores pérdidas por relajación, aseguraran un mejor comportamiento del material a corrosión bajo tensión cuando fueran a ser utilizados en estructuras pretensadas cerca de ambientes agresivos (agua marina).

En cualquier caso, lo que parece claro es que el control de las tensiones residuales es la clave para optimizar los tratamientos y las propiedades de estos alambres.

AGRADECIMIENTOS

Los autores desean mostrar su agradecimiento a los profesores L. Caballero y A. Valiente por su ayuda con los ensayos de corrosión bajo tensión y sus útiles comentarios. Este trabajo se ha financiado gracias al apoyo del Ministerio de Ciencia y Tecnología y al Ministerio de Educación y Ciencia (proyectos FEDER UPM 00.33.004, MAT2002-04343 y ENE2005-06478) y al Ministerio de Fomento (proyecto “Durabilidad de armaduras activas en estructuras de hormigón pretensado”). También desean mostrar su gratitud a D. Luis del Pozo, de EMESA TREFILERÍA S.A., por su ayuda y sus útiles comentarios y, en especial, a los profesores F. Mompeán, M. García Hernández, M. Martínez (ICMM) por su ayuda con las medidas por difracción de neutrones.

REFERENCIAS

- [1] M. Elices, “Influence of residual stresses in the performance of cold-drawn pearlitic wires,” *Journal of Materials Science*, 39(12), pp 3889-3899, 2004.
- [2] J.M. Atienza, J. Ruiz-Hervías, L. Caballero, and M. Elices, “Residual stresses and stress corrosion in cold drawn eutectoid steel wires,” *Wire Journal International*, pag. 53-57, june 2007.
- [3] Atienza, J. M., Ruiz-Hervías, J., Caballero, L., and Elices, M. (2006). “Residual stresses and durability in cold drawn eutectoid steel wires.” *Metals & Materials International*, 13:2, PP 139-143, 2007.
- [4] Elices, M., Ruiz, J., and Atienza, J.M. “Influence of residual stresses on hydrogen embrittlement of cold drawn wires”. *Materials and Structures*, 37, 305-309, 2004.
- [5] J.M. Atienza, J. Ruiz-Hervías, M. Elices. “Control de las tensiones residuales como herramienta de mejora de los alambres de pretensado: 1.Caracterización de las tensiones residuales”. *Anales de la Mecánica de Fractura*, en este número, 2008.
- [6] M.L. Martinez-Perez, F.J. Mompean, J. Ruiz-Hervías, C.R. Borlado, J.M. Atienza, M. García-Hernandez, M. Elices, J. Gil Sevillano, Ru Lin Peng and T. Buslaps, “Residual stress profiling in the ferrite and cementite phases of cold-drawn steel rods by synchrotron X-ray and neutron diffraction”, *Acta Materialia*, 52, pp 5303-5313, 2004.
- [7] J.M. Atienza, J. Ruiz-Hervías, M.L. Martínez-Perez, F.J. Mompeán, M. García-Hernandez and M. Elices, “Residual stresses in cold drawn pearlitic rods”, *Scripta Materialia*, 52, pp 1223-1228, 2005.
- [8] J. Ruiz-Hervías, J.M. Atienza, M. Elices and E.C. Oliver, “Optimisation of post-drawing treatments by means of neutron diffraction”, *Materials Science and Engineering*, in press 2008.
- [9] Ruiz-Hervías, J., Luzin, V., Prask, H., Gnaeupel-Herold, T., Elices, M. (2006). “Effect of thermo-mechanical treatments on residual stresses measured by neutron diffraction in cold-drawn steel rods.” *Material Science and Engineering vol. 435-436*, pp. 725-735, 2006.
- [10] J.M. Atienza, “Residual stresses in cold drawn steel wires”. PhD Thesis, Polytechnique University of Madrid, Spain, 2001.
- [11] J.M. Atienza, M.L. Martinez-Perez, J. Ruiz-Hervías, F.J. Mompean, M. Garcia-Hernandez and M. Elices, “Residual stresses in cold drawn ferritic rods”, *Scripta Materialia*, 52, pp 305-309, 2005.
- [12] Atienza, J. M., and Elices, M. “Influence of residual stresses in the tensile test of cold drawn wires.” *Materials and Structures*, 36, 548-552, 2003.
- [13] CEB-FIP (1990). *Model Code 1990*, Lausanne, (1991). ASTM-A421 (1991), EHE-UNE 36094 (1994), BS-2691 (1991)
- [14] Atienza, J.M., and Elices, M. “Influence of residual stresses in the stress relaxation of cold drawn wires.” *Materials and Structures*, 37, 301-304, 2004.
- [15] Atienza, J.M. and Elices M. (2007). “Role of residual stresses in the stress relaxation of prestressed concrete wires”. *Journal of Materials in Civil Engineering* 19:8, pp 703-707, 2007.

ESTUDIO EXPERIMENTAL Y NUMÉRICO DEL COMPORTAMIENTO DE LÁMINAS DE ACERO SOMETIDAS A IMPACTO DE MEDIA Y ALTA VELOCIDAD

J. A. Rodríguez-Martínez^{1,*}, A. Rusinek², R. Zaera¹, A. Arias¹, J. R. Klepaczko²

¹ Departamento de Mecánica de Medios Continuos y Teoría de Estructuras, Universidad Carlos III de Madrid, Avda. de la Universidad 30, 28911 Leganés, Madrid. E-mail: jarmarti@ing.uc3m.es

² Laboratorio de Física y Mecánica de Materiales, UMR CNRS 75-54, Universidad Paul Verlaine de Metz, Ile du Saulcy, 57045 Metz cedex, France

RESUMEN

En este trabajo se ha analizado experimental y numéricamente la respuesta mecánica de láminas de acero de bajo contenido en carbono (mild steel ES) sometidas a impacto de media y alta velocidad (40 m/s-300 m/s). El dispositivo experimental desarrollado, basado en la técnica de la barra Hopkinson, ha permitido constatar la influencia de la fricción en los mecanismos de fallo del componente. El comportamiento del material se ha modelizado mediante la ecuación constitutiva de Rusinek-Klepaczko, implementada a tal efecto en el código de elementos finitos ABAQUS/Explicit. La validación de los resultados numéricos con los datos de los ensayos experimentales realizados se ha llevado a cabo en términos de tiempo de fractura, evolución fuerza-tiempo, límite balístico y modo de fallo. Las simulaciones numéricas consideran la influencia de la forma del proyectil en el modo de fallo y en particular en la aparición del fenómeno de “petalling”. La utilización de simulaciones 3D ha permitido reproducir con precisión la asimetría característica de este tipo de procesos.

ABSTRACT

In the present work it is experimentally and numerically analyzed the mechanical response of steel sheets subjected to medium and high impact velocity (40 m/s – 300 m/s). The experimental device developed, based on the Hopkinson bar technique, has allowed to evaluate the influence of friction in the fracture mechanics of the steel sheets. The material behaviour has been modelled using the Rusinek-Klepaczko constitutive relation which has been implemented into the FE code ABAQUS/Explicit via user subroutine. The validation of the results obtained from the numerical simulations has been made in terms of failure time, force-time history, ballistic limit and failure mode. The numerical simulations consider the influence of the projectile shape in the failure mode and particularly the petalling process apparition. The use of 3D simulation technique has permitted to reproduce accurately the asymmetry of this kind of processes.

PALABRAS CLAVE: Modelo de Rusinek-Klepaczko (RK), criterio de fallo, perforación, absorción de energía

1. INTRODUCCIÓN

El comportamiento de los materiales bajo sollicitaciones dinámicas tiene un considerable interés ya que permite dar respuesta a multitud de problemas de aplicación en campos como el civil, militar, aeronáutico y automoción. En particular, recientemente, se ha suscitado un especial interés en el proceso de perforación resultante del impacto de proyectiles indeformables sobre placas metálicas [1-4]. Este tipo de sollicitación se caracteriza por la aparición del fenómeno de “*petalling*” cuando se utilizan impactadores ojivales, hemisféricos o cónicos, si bien este efecto es dependiente de la velocidad de impacto. Cuando el valor de la misma está próximo al del límite balístico (máximo valor de la velocidad para detención del impactador) el proceso de *petalling* puede ser reemplazado por el de “*crack opening*” debido a la disminución del nivel de deformación circunferencial en la placa. En cambio, para valores elevados de velocidad de impacto en relación al límite balístico, los efectos

inerciales cobran relevancia en el proceso de perforación y el modo de fallo cambia de *petalling* a fragmentación completa en la zona directamente afectada por el impacto [5]. Por ello y para una correcta predicción del mecanismo de fallo, es necesario definir adecuadamente el comportamiento del material, de modo dependiente con el endurecimiento por deformación, $\bar{\epsilon}_p$, la velocidad de deformación $\dot{\bar{\epsilon}}_p$ y el incremento de temperatura ΔT responsable del ablandecimiento térmico. En este trabajo se presenta un estudio experimental y numérico del comportamiento de láminas de acero de bajo contenido en carbono (mild steel ES) sometidas a impacto perpendicular de proyectiles hemisféricos y cónicos. Los ensayos de impacto se han llevado a cabo en un dispositivo adaptado de barra Hopkinson desarrollado al efecto por los autores. La realización del análisis numérico se ha llevado a cabo en el código de elementos finitos ABAQUS/Explicit. Para la simulación numérica se ha empleado una configuración 3D que permite un análisis completo del problema ya que las configuración

axilimétrica, utilizada tradicionalmente en este tipo de problemas, no resulta válidas para el estudio del fallo por *petalling*, ya que se trata de un proceso asimétrico.

2. DISPOSITIVO EXPERIMENTAL

Al objeto de proceder a la validación de los resultados de las predicción numéricas se ha desarrollado un dispositivo experimental específico en el Laboratorio de Física y Mecánica de los Materiales (LPMM) de la Universidad Paul Verlaine de Metz (Francia). La configuración experimental, utiliza un dispositivo de barra Hopkinson, que permite determinar tanto la velocidad de impacto como el desplazamiento de la probeta durante el ensayo mediante la utilización de un sistema de sensores ópticos, Fig. 1. Una descripción más exhaustiva sobre este dispositivo experimental se puede encontrar en [6]. Se ensayaron láminas de acero de espesor $t = 0.8\text{mm}$ y diámetro $\phi_t = 30\text{mm}$ sometidas al impacto de proyectiles hemisféricos de diámetro $\phi_p = 22\text{mm}$ y masa $M_p = 0.154\text{kg}$ a una velocidad máxima, $V_0^{\max} \approx 100\text{ m/s}$. Para analizar la influencia de la fricción, se aplicó condición seca o lubricada en el contacto proyectil-placa

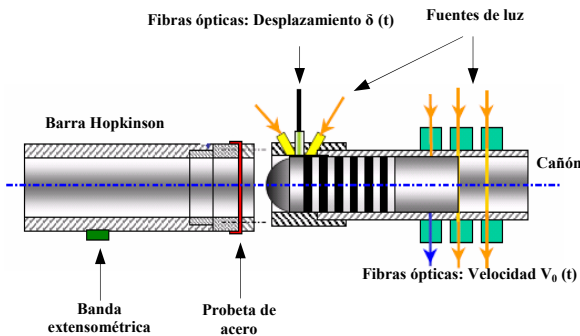


Fig. 1. Esquema del dispositivo experimental

3. DEFINICIÓN DEL COMPORTAMIENTO DEL ACERO

El estudio se ha centrado en el comportamiento del acero de bajo contenido en carbono mild steel ES. Este acero presenta múltiples aplicaciones estructurales, principalmente, en el sector de la automoción [7-9]. No se pretende en este análisis realizar una caracterización sistemática de diferentes tipos de aceros sino analizar el comportamiento de este tipo de componentes sometidos a impacto. La composición del acero considerado se muestra en la Tabla 1. Para su modelización, en este trabajo se ha empleado la relación constitutiva de Rusinek-Klepaczko (RK) [10]. Este modelo permite una definición precisa del comportamiento del material en todo del rango de velocidad de deformación Fig. 2.

Tabla 1. Composición del acero mild steel ES (% en peso)

Mn	Al	Cr	C	Ni	S
0.203	0.054	0.041	0.03	0.018	0.011
Cu	Si	P	N	Ti	
0.009	0.009	0.008	0.0063	0.002	

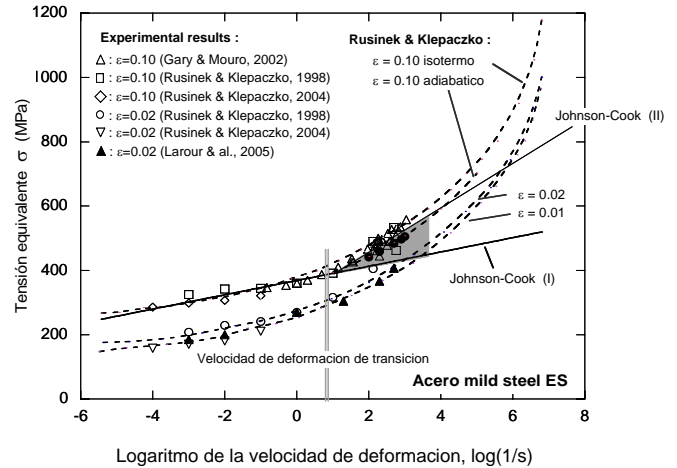


Fig. 2. Sensibilidad a la velocidad de deformación del acero mild steel ES. Comparación entre resultados experimentales y el modelo RK

En el modelo RK la tensión total se descompone en dos partes, la primera presenta dependencia de la velocidad de deformación, del endurecimiento por deformación y de la temperatura y la segunda es dependiente de la velocidad de deformación y de la temperatura. La formulación explícita del modelo se muestra en la Ec. 1:

$$\bar{\sigma}(\bar{\epsilon}^P, \dot{\bar{\epsilon}}^P, T) = \frac{E(T)}{E_0} [\sigma_\mu(\bar{\epsilon}^P, \dot{\bar{\epsilon}}^P, T) + \sigma^*(\bar{\epsilon}^P, T)] \quad (1)$$

donde σ_μ es la tensión interna y σ^* es la tensión efectiva. En esta relación el módulo de elasticidad $E(T)$ depende de la temperatura, formulación fue propuesta originalmente por Klepaczko [11] y dada por la expresión, Ec.2:

$$E(T) = E_0 \left\{ 1 - \frac{T}{T_m} \exp \left[\theta^* \left(1 - \frac{T_m}{T} \right) \right] \right\} \quad (2)$$

donde E_0 es el módulo de elasticidad a cero Kelvin, T_m es la temperatura de fusión y θ^* es una constante del material característica de la temperatura homóloga. La formulación explícita de las dos componentes de la tensión es la siguiente, Ecs 3-4:

$$\sigma_\mu(\bar{\epsilon}^P, \dot{\bar{\epsilon}}^P, T) = B(\dot{\bar{\epsilon}}^P, T) (\epsilon_0 + \bar{\epsilon}^P)^n (\bar{\epsilon}^P, T) \quad (3)$$

$$\sigma^*(\bar{\epsilon}^P, T) = \sigma_0^* \left\langle 1 - D_1 \left(\frac{T}{T_m} \right) \log \left(\frac{\dot{\bar{\epsilon}}^{\max}}{\dot{\bar{\epsilon}}^P} \right) \right\rangle^{m^*} \quad (4)$$

donde ε_0 es el nivel de deformación que define el límite elástico, $B(\dot{\varepsilon}^P, T)$ es el módulo de plasticidad y $n(\dot{\varepsilon}^P, T)$ es el exponente del endurecimiento por deformación dependientes ambos de la temperatura y de la velocidad de deformación, σ_0^* es la tensión efectiva a $T=0K$, D_1 es una constante del material, $\dot{\varepsilon}^{\max}$ es el máximo valor de velocidad de deformación y m^* es la constante que permite definir la dependencia de la velocidad de deformación y de la temperatura. Una descripción más exhaustiva de este modelo puede encontrarse en [6-10] Los valores de los parámetros que definen el modelo para el acero en estudio se muestran en la Tabla 2.

Tabla 2. Constantes empleadas para definir el acero mild steel ES [7-9]

E_0 [GPa]	212	B_0 [MPa]	591.6
g^* [-]	0.59	n_0 [-]	0.285
T_m [K]	1600	ε_0 [-]	$1.8 \cdot 10^{-2}$
$\dot{\varepsilon}^{\max}$ [s^{-1}]	10^7	D_1 [-]	0.48
$\dot{\varepsilon}^{\min}$ [s^{-1}]	10^{-5}	ν [-]	0.2
C_p [$Jkg^{-1}K^{-1}$]	470	σ_0^* [MPa]	406.3
ρ [kgm^{-3}]	7800	m [-]	2.8
α [K^{-1}]	10^{-5}	D_2 [-]	0.19

Por otra parte, el incremento de temperatura del material en condición adiabática debido a la deformación plástica se expresa mediante:

$$\Delta T_{\text{adia}} = \frac{\beta}{\rho C} \int_{\varepsilon^e}^{\varepsilon^p} \sigma(\xi, \dot{\varepsilon}^p, T) d\xi \quad (5)$$

donde ρ es la densidad del material, β es el coeficiente de Taylor–Quinney, ($\beta=0.9$) y C_p es el calor específico a presión constante. Se asume para el acero un valor de la velocidad de deformación de $10 s^{-1}$ correspondiente a la transición entre régimen isotermo y adiabático. La ecuación constitutiva RK ha sido implementada mediante una subrutina de usuario en ABAQUS/Explicit usando el algoritmo implícito consistente desarrollado por Zaera y Fernández-Sáez [12]

4. CRITERIO DE FALLO

Para reproducir el proceso de perforación es necesario considerar un criterio de fallo. El uso de criterios de fallo basados en un valor de deformación plástica equivalente está ampliamente extendido en aplicaciones dinámicas. En este trabajo se ha considerado un valor constante para la deformación de fallo, $\varepsilon_f^p = 1$, obtenido por aplicación del criterio de Considère, $(d\sigma/d\varepsilon) = \sigma$, a la ecuación constitutiva. Este valor de deformación de fractura ha sido empleado de manera satisfactoria para el acero mild steel ES en problemas dinámicos asociados a inestabilidades plásticas [7-8].

5. CONFIGURACIÓN NUMÉRICA

La simulación del problema se ha llevado a cabo utilizando una configuración 3D capaz de reproducir la asimetría del proceso de fractura. Se ha empleado una malla Lagrangiana con simetría radial compuesta por 229 792 elementos hexaédricos de 8 nodos e integración reducida. Se han utilizado 8 elementos a lo largo del espesor de la placa. El coeficiente de fricción se ha considerado $\mu=0$ correspondiente al caso de condición lubricada. Para el caso de condición seca, el valor de este parámetro se ha obtenido acoplando [6] un desarrollo analítico con datos experimentales, resultando como valor final $\mu=0.26$.

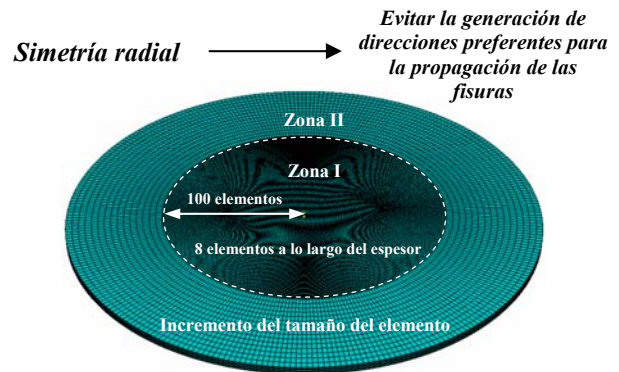


Fig.3. Configuración de la malla utilizada durante las simulaciones numéricas.

6. ANÁLISIS Y RESULTADOS

6.1 Validación

En este tipo problemas es habitual considerar el límite balístico V_{bl} y el tiempo de fractura como variables de validación [1-4]. En el caso objeto de estudio, se obtuvo numéricamente un valor del límite balístico en condición lubricada $V_{bl-lub} = 40$ m/s ligeramente inferior al hallado para condición seca $V_{bl-seca} = 45$ m/s, ambos coincidentes con los valores medidos experimentalmente.

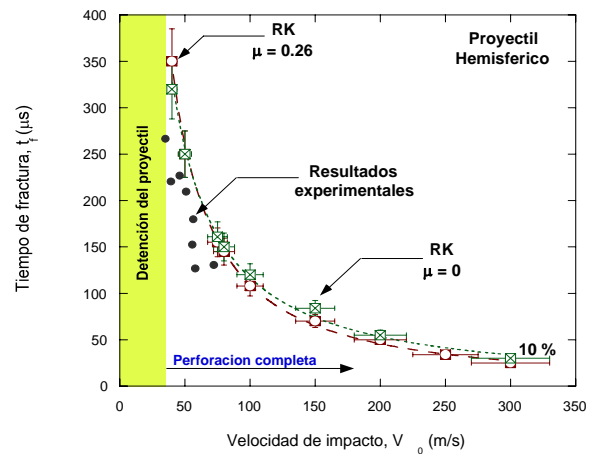


Fig.4. Predicción numérica del tiempo de fractura y comparación con los resultados experimentales

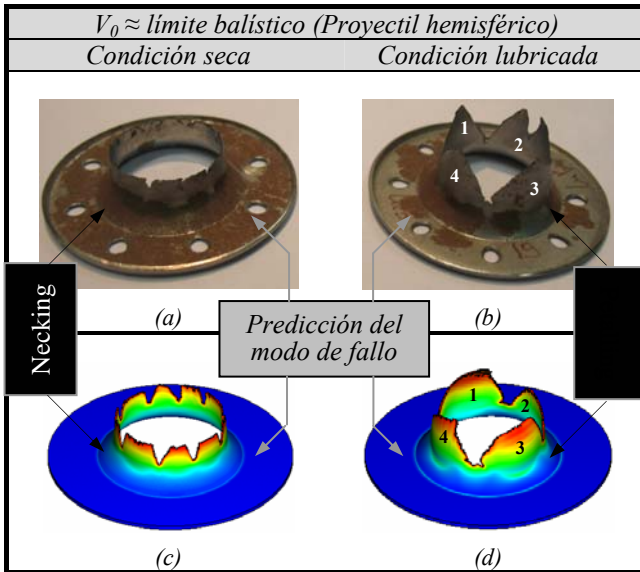


Fig. 5. Modos de fallos observados experimental y numéricamente (proyectil hemisférico)

6.2 Influencia de la geometría del proyectil

Con el modelo numérico empleado, se ha realizado un análisis del modo de fallo, teniendo en cuenta la posible influencia de la geometría del proyectil, para cual se han considerado proyectiles cónicos con igual diámetro y masa que los hemisféricos (Fig.6). Para analizar la influencia de los efectos inerciales, el rango de velocidades de impacto empleado en las simulaciones se ha ampliado hasta $v_0^{\max} = 300 \text{ m/s}$. En Fig. 7, se observa que la utilización de proyectiles cónicos no produce diferencias entre el modo de fractura para condición seca y lubricada al contrario de lo observado para los proyectiles hemisféricos.

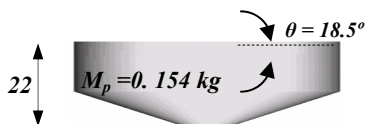


Fig. 6. Geometría y dimensiones de los proyectiles cónicos empleados en las simulaciones numéricas

El uso de proyectiles cónicos reduce las tensiones tangenciales inducidas en la placa evitando la aparición del proceso de *necking* que desembocaría en la eyección de un tapón. Así, el fenómeno de *petalling* se ha observado en todas las condiciones de impacto.

6.3 Influencia de la fricción

En el caso de los proyectiles hemisféricos y velocidades cercanas al límite balístico, para condición seca la fractura de la placa se produce debido al *necking* eyectando un tapón como estadio final del proceso de perforación. Sin embargo en caso de condición lubricada el modo de fallo es *petalling* por la mencionada reducción de las tensiones tangenciales, Fig. 8.

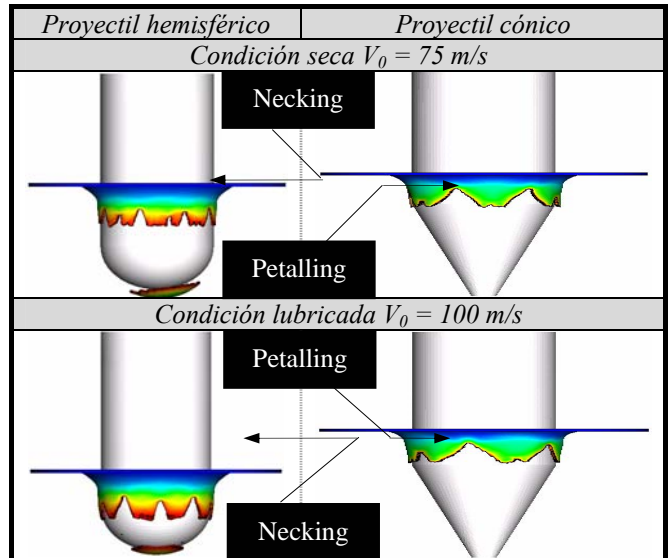


Fig. 7. Modo de fallo inducido mediante proyectiles cónicos y hemisféricos a diferentes velocidades de impacto en condición seca y lubricada.

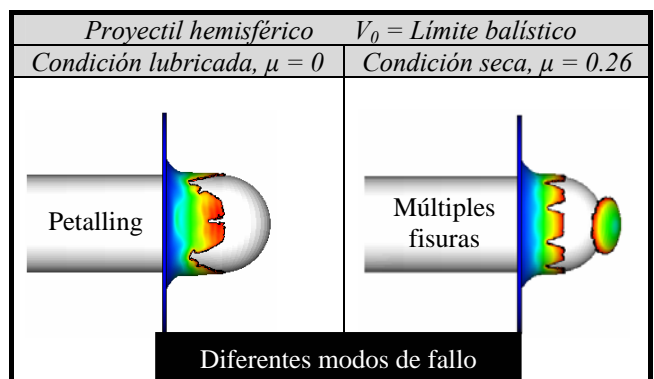


Fig. 8. Modo de fallo inducido por los proyectiles hemisféricos, $V_0 = V_{bt}$. Comparación entre condición seca y lubricada.

6.4 Influencia de la velocidad de impacto

Para velocidades de impacto $V_0 > 100 \text{ m/s}$, el modo de fallo causado por proyectiles hemisféricos es independiente de la fricción, Fig. 9. En todos los casos considerados, el aumento de la velocidad inicial produce un aumento del número de fisuras radiales en la placa. Este fenómeno es debido al incremento de la deformación circunferencial causante de la aparición y progresión de las fisuras que se produce como consecuencia del incremento en la velocidad de impacto.

En Fig. 10 se observa la influencia de la velocidad de impacto en la evolución del nivel de fuerza durante el proceso de perforación. A medida que aumenta la velocidad de impacto el nivel de fuerza obtenido es mayor, debido al efecto del endurecimiento del material causado por la influencia de la velocidad de deformación.

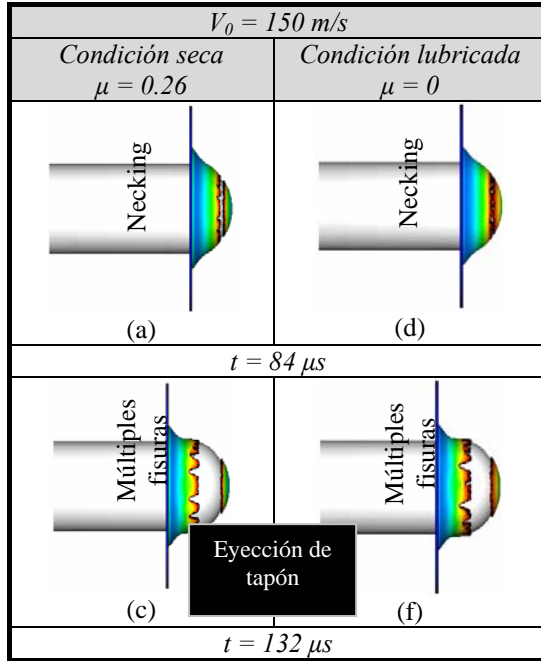


Fig. 9. Modo de fractura inducido por los proyectiles hemisféricos, $V_0 = 150$ m/s. Comparación entre condición seca y lubricada.

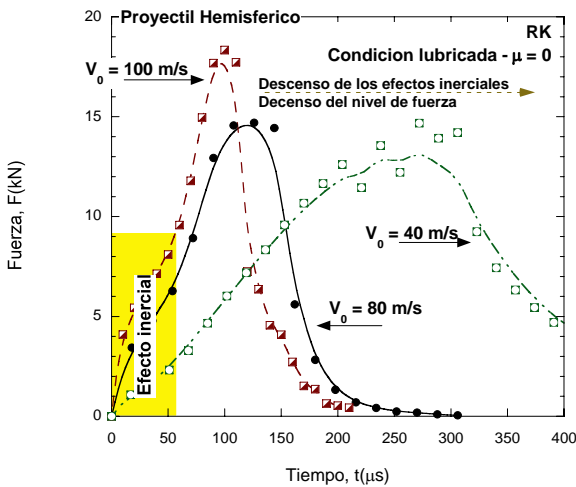


Fig. 10. Resultados numéricos de la evolución fuerza-tiempo para diferentes velocidades de impacto. Projectil hemisférico, condición lubricada.

Para analizar la influencia de la velocidad de impacto en los distintos términos energéticos se ha llevado a cabo un balance energético definido por la Ec. 6:

$$\Delta K_p = W_p + W_f + W_{tp} \quad (6)$$

donde ΔK_p es la energía cinética perdida por el proyectil, W_p es el trabajo plástico, W_f es el trabajo de fricción y W_{tp} es la energía cinética transferida a la placa que representa los efectos inerciales. La Fig. 11 muestra la evolución de cada término de energía, adimensionalizado por la energía total, en función de la

velocidad de impacto del proyectil hemisférico para la condición seca y lubricada. Para velocidades de impacto próximas al límite balístico el trabajo plástico representa casi el 100 % de la energía absorbida por la placa en caso de condición lubricada. Esta cantidad se reduce en un 20% en caso de condición seca debido a la contribución de la fricción. Para valores de velocidad crecientes y superiores al límite balístico la influencia de los efectos inerciales en el proceso comienza a ser relevante. Las predicciones numéricas realizadas con proyectiles cónicos han mostrado una tendencia análoga.

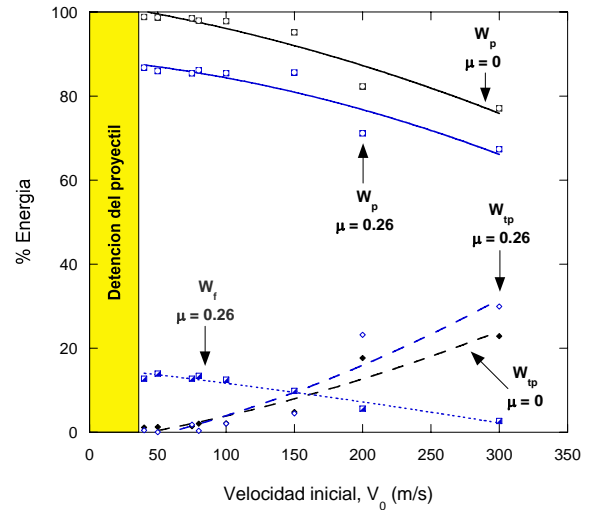


Fig. 11. Evolución de los términos energéticos con la velocidad de impacto: trabajo plástico W_p , trabajo de fricción W_f y trabajo transferido a la placa W_{tp}

6.5 Estudio del proceso de petalling

El estudio del proceso de *petalling* requiere de un análisis específico. Para este fenómeno existen en la literatura internacional modelos analíticos basados en aspectos energéticos [13] que asocian la aparición de pétalos (4 ó 5) a un mínimo en la absorción de energía por parte de la placa impactada. Esta conclusión es coincidente con las observaciones experimentales y numéricas mostradas en el presente trabajo.

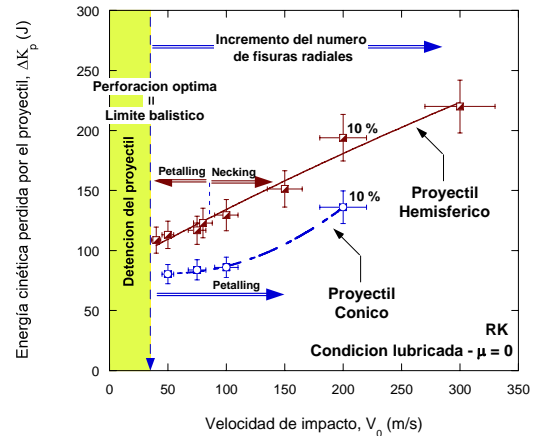


Fig. 12. Estimación numérica de la energía perdida por el proyectil

La mínima energía empleada por el proyectil para la perforación completa de la lámina de acero se produce en el límite balístico para los dos tipos de proyectiles considerados, Fig. 12. Así, tanto para proyectiles cónicos, como hemisféricos en condición lubricada, el número de pétalos que se observan para velocidades de impacto próximas a la del límite balístico es 4 ó 5 (Figs. 13-14).

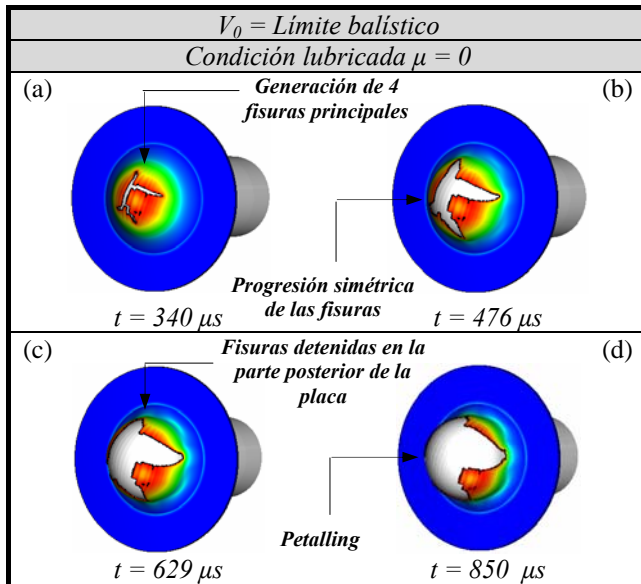


Fig. 13. Proyectil hemisférico: deformación plástica equivalente durante el proceso de petalling, $V_0 = V_{bl}$.

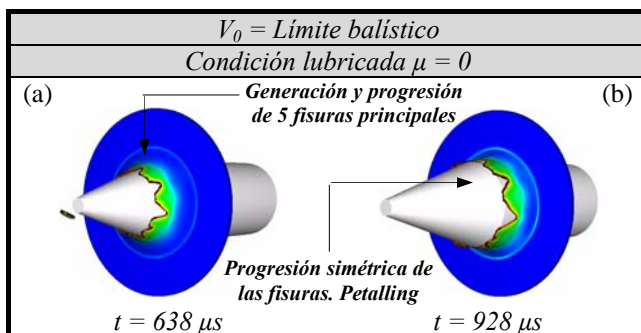


Fig. 14. Proyectil cónico: deformación plástica equivalente durante el proceso de petalling, $V_0 = V_{bl}$.

7. CONCLUSIONES

En este trabajo se ha analizado el proceso de fallo de láminas de acero sometidas al impacto perpendicular de proyectiles hemisféricos y cónicos. Las conclusiones más relevantes han sido:

La fricción modifica el modo de fallo de las láminas de acero, para velocidades próximas al límite balístico y en el caso de impacto con proyectiles hemisféricos. En cambio para el caso de impacto con proyectiles cónicos no tiene una influencia relevante.

El aumento de la velocidad de impacto produce un aumento de la deformación circunferencial y del número de fisuras radiales en las láminas de acero consideradas.

El trabajo plástico es el término energético dominante para velocidades próximas al límite balístico. Su importancia disminuye con la velocidad y el incremento de los efectos inerciales.

8. AGRADECIMIENTOS

Los investigadores de la Universidad Carlos III de Madrid desean agradecer al Ministerio de Educación (proyecto DPI2005-06769) y a la Comunidad Autónoma de Madrid (proyecto CCG06-UC3M/DPI-0796) por el soporte económico que ha permitido la realización de este proyecto. Los investigadores de la Universidad Paul Verlaine de Metz (LPM) desean agradecer el soporte financiero recibido del CNRS-France

REFERENCIAS

- [1] Arias, A., Rodríguez-Martínez, J.A., Rusinek A. Numerical simulations of impact behaviour of thin steel to cylindrical, conical and hemispherical non-deformable projectiles, *Eng Fract Mech* (2007), doi:10.1016/j.engfracmech.2007.06.005
- [2] Rusinek, A., Rodríguez-Martínez, J.A., Arias A., Klepaczo J. R., López-Puente J. Influence of conical projectile diameter on perpendicular impact of thin steel plate. *Eng. Fract Mech* (2008), doi:10.1016/j.engfracmech.2008.01.011
- [3] Borvik, T., Hopperstad, O.S., Langseth, M., Malo, K.A. Effect of target thickness in blunt projectile penetration of Weldox 460 E steel plates. *Int J Impact Eng* 2003;28:pp.413-464
- [4] Gupta, N.K., Iqbal, M.A., Sekhon, G.S. Effect of projectile nose shape, impact velocity and target thickness on deformation behaviour of aluminium plates. *Int J Solids Struct.* 2007;44(10):pp.3411-3439
- [5] Piekutowski, A. J. Holes produced in thin aluminium sheets by the hypervelocity impact of aluminium spheres. *Int J Imp Eng.* 1999;23:pp.711-722
- [6] Rusinek, A. Modélisation thermoviscoplastique d'une nuance de tôle d'acier aux grandes vitesses de déformation. Etude expérimentale et numérique du cisaillement, de la traction et de la perforation, Ph.D. Thesis, Université du Metz; 2000.
- [7] Rusinek, A., Zaera, R., Klepaczo, J.R., Cheriguene, R. Analysis of inertia and scale effects on dynamic neck formation during tension of sheet steel. *Acta Mater.* 2005;53:pp.5387-5400.
- [8] Rusinek, A., Zaera, R. Finite element simulation of steel ring fragmentation under radial expansion. *Int J Impact Eng.* 2007; 34, pp.799-822.
- [9] Rusinek A., Zaera R., Klepaczo J. R. Constitutive relations in 3-D for a wide range of strain rates and temperatures – Application to mild steels. *Int J Solids Struct.* 2007;44:pp.5611-5634
- [10] Rusinek, A., Klepaczo, J.R. Shear testing of sheet steel at wide range of strain rates and a constitutive relation with strain-rate and temperature dependence of the flow stress. *Int J Plasticity.* 2001; 17, pp.87-115.
- [11] Klepaczo J.R. A general approach to rate sensitivity and constitutive modeling of FCC and BCC metals, in: *Impact: Effects of Fast Transient Loadings*, A.A. Balkema, Rotterdam, 1998: pp.3-35.
- [12] Zaera, R., Fernández-Sáez, J. An implicit consistent algorithm for the integration of thermoviscoplastic constitutive equations in adiabatic conditions and finite deformations, *Int. J. Solids Struct.* 2006;43:pp.1594-1612
- [13] Wierzbicki T. Petalling of plates under explosive and impact loading. *Int. J. Imp Eng.* 1999;22:pp.935-954

MECANISMOS DE FALLO EN PLACAS DE ACERO SOMETIDAS A IMPACTO DE PROYECTILES CILÍNDRICOS, CÓNICOS Y HEMISFÉRICOS

J. A. Rodríguez-Martínez¹, A. Rusinek², A. Arias¹, J. R. Klepaczk², J. Fernández-Sáez¹

¹ Departamento de Mecánica de Medios Continuos y Teoría de Estructuras, Universidad Carlos III de Madrid, Avda. de la Universidad 30, 28911 Leganés, Madrid

² Laboratorio de Física y Mecánica de Materiales, UMR CNRS 75-54, Universidad Paul Verlaine de Metz, Ile du Saulcy, 57045 Metz cedex, France

RESUMEN

En este trabajo se presenta un análisis numérico del comportamiento de placas de acero Weldox 460 E de 12 mm de espesor sometidas al impacto normal de proyectiles rígidos de diferentes geometrías: cilíndrica, hemisférica y cónica. Las simulaciones numéricas se han llevado a cabo utilizando el código comercial de elementos finitos ABAQUS/Explicit. La validación de los resultados numéricos con los datos experimentales disponibles en la bibliografía se ha realizado considerando el tiempo de fractura, el límite balístico y la energía absorbida por la placa. Para evaluar la influencia de la definición del comportamiento termoviscoplastico del material en los resultados obtenidos, se han empleado dos ecuaciones constitutivas: Johnson-Cook y Rusinek-Klepaczko.

ABSTRACT

In this work is presented a numerical study of the behaviour of Weldox 460 E steel plates of 12 mm thickness subjected to perpendicular impact of rigid projectiles of different nose shapes: cylindrical, hemispherical and conical. The numerical simulations have been carried out using the FE commercial code ABAQUS/Explicit. The validation of the numerical results using experimental results available in the international literature has been done considering failure time, ballistic limit and the energy absorbed by the plate. In order to evaluate the influence of the thermoviscoplastic material behaviour on the results obtained, it has been compared two different constitutive relations: Johnson-Cook and Rusinek-Klepaczko.

PALABRAS CLAVE: Modelo de Rusinek-Klepaczko (RK), criterio de fallo, perforación, acero Weldox 460 E

1. INTRODUCCIÓN

El impacto en placas metálicas es un proceso complejo asociado a fenómenos de daño, contacto y fricción. La transferencia de la energía cinética de impacto genera fenómenos termodinámicos irreversibles asociados a propagación de ondas elásticas y plásticas, flujo plástico y grandes deformaciones, que puedan dar lugar a la aparición de inestabilidades plásticas. Empíricamente se constata que la forma del cuerpo impactador, cambia los mecanismos de fallo de la placa, el límite balístico (máxima velocidad para detención) y la contribución de los diferentes términos energéticos del proceso. Así, los proyectiles cilíndricos presentan un modo de perforación muy eficiente a bajas velocidades de impacto debido a la aparición de bandas adiabáticas de cortadura (ASB). Este proceso está fuertemente acoplado al endurecimiento por deformación $\bar{\epsilon}_p$, la velocidad de deformación $\dot{\epsilon}_p$ y la temperatura T . El fallo de la placa debido a las ASB induce la eyección de un tapón como etapa final del proceso de perforación siendo el diámetro de éste aproximadamente igual al diámetro del proyectil y su espesor aproximadamente igual al espesor de la

placa perforada. Así, la distancia proyectil-placa durante el proceso toma un valor reducido, $\delta_w \rightarrow 0$, Fig. 1-a, induciendo velocidades de deformación locales $\dot{\gamma}$ en la placa superiores a 10^4 s^{-1} , Ec. 1:

$$\dot{\gamma} = \frac{V_0}{\delta_w} \quad (1)$$

donde V_0 es la velocidad de impacto del proyectil. Por el contrario, a altas velocidades de impacto el empleo de geometrías de punta de impactador como cónica o hemisférica produce velocidades residuales mayores. En este caso la perforación de la placa se produce debido al alargamiento de la zona afectada por el impacto, “*ductile hole enlargement*”, que puede llegar a formar pétalos de material “*petalling*” para placas de pequeño espesor [1,2], Fig 1-b. En este trabajo se analizan los diferentes mecanismos de fallo inducidos en placas de acero Weldox 460 E por impactadores cilíndricos, hemisféricos y cónicos. Para ello se han realizado simulaciones numéricas usando el código de elementos finitos ABAQUS/Explicit. La validación de los resultados numéricos se ha realizado utilizando

resultados experimentales disponibles en la bibliografía internacional, [3].

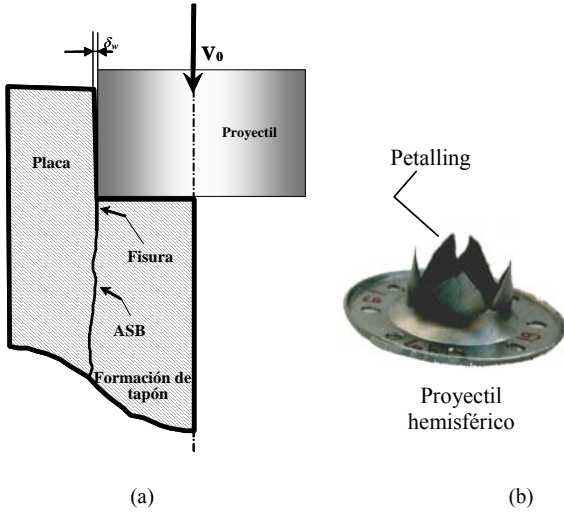


Fig. 1. (a) Esquema del modo de fallo de proyectiles hemisféricos. (b) Petalling debido al proceso de perforación de una lámina de acero mediante un proyectil hemisférico

2. DEFINICIÓN DEL COMPORTAMIENTO TERMOVISCOPLÁSTICO DEL MATERIAL

El Weldom 460 E es un acero de alta resistencia y elevada ductilidad frecuentemente empleado en aplicaciones estructurales de absorción de energía [4, 5]. Su comportamiento se ha modelizado mediante dos ecuaciones constitutivas: Johnson-Cook (JC) [6] y Rusinek-Klepaczko (RK) [7]. La relación JC ha sido ampliamente utilizada para modelizar el comportamiento de metales y su formulación explícita se expresa en la Ec.2:

$$\bar{\sigma}(\bar{\epsilon}^p, \dot{\bar{\epsilon}}^p, T) = \left[C_1 + C_2 (\bar{\epsilon}^p)^n \right] \left[1 + C_3 \ln \left(\frac{\dot{\bar{\epsilon}}^p}{\dot{\epsilon}_0} \right) \right] \left[1 - T^{*m} \right] \quad (2)$$

donde el primer término define el endurecimiento por deformación, el segundo la sensibilidad a la velocidad de deformación y el tercero la sensibilidad a la temperatura. La formulación explícita del modelo RK [7] responde a la expresión, Ec. 3:

$$\bar{\sigma}(\bar{\epsilon}^p, \dot{\bar{\epsilon}}^p, T) = \frac{E(T)}{E_0} [\sigma_\mu(\bar{\epsilon}^p, \dot{\bar{\epsilon}}^p, T) + \sigma^*(\dot{\bar{\epsilon}}^p, T)] \quad (3)$$

Donde σ_μ es la tensión interna y σ^* es la tensión efectiva. Un análisis más exhaustivo sobre este modelo se puede encontrar en [7, 9-10]. Las constantes que definen el comportamiento del acero Weldom 460 E para ambos modelos se muestran en las Tablas 1,2,3 [1-2, 9]. El modelo JC, puramente fenomenológico, presenta el inconveniente de proponer una sensibilidad lineal del material a la velocidad de deformación que no corresponde con el comportamiento de la mayor parte de los metales. Sin embargo el modelo RK tiene en cuenta

procesos de activación térmica relacionados con la dinámica de las dislocaciones, basándose en aspectos físicos del comportamiento del material. Así, este último modelo considera la dependencia no lineal con la velocidad de deformación, lo que permite realizar una predicción adecuada de inestabilidades plásticas características de los procesos de impacto. La Fig. 2 muestra una comparación, para distintas velocidades de deformación, entre las predicciones de los modelos JC y RK y datos experimentales para el acero considerado [8].

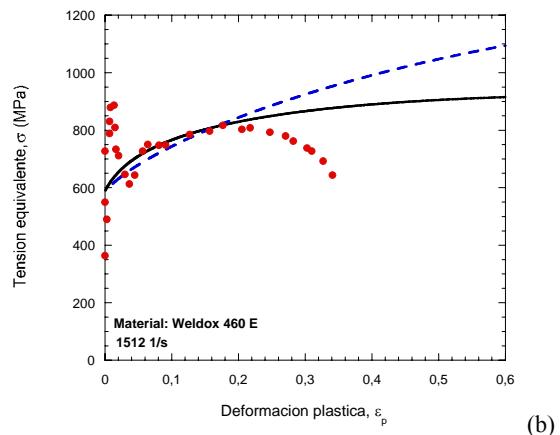
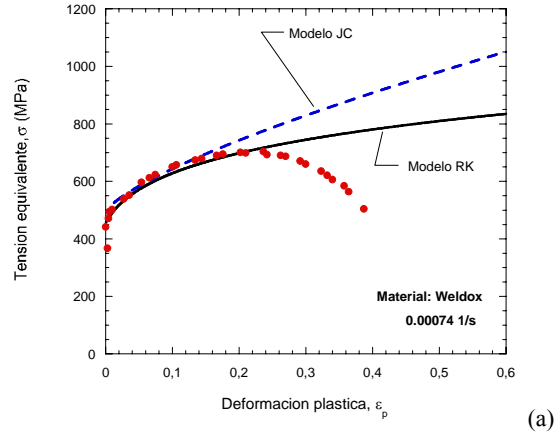


Fig. 2. Comparación entre los resultados experimentales [8] y las ecuaciones constitutivas RK y JC para distintas velocidades de deformación, (a) $\dot{\bar{\epsilon}}^p = 0.0074$ (b) $\dot{\bar{\epsilon}}^p = 1512 \text{ 1/s}$

Tabla 1. Constantes del acero Weldom 460 E. Modelo JC [1,2]

Comportamiento termoviscoplastico (JC)				
A [MPa]	B [MPa]	C [-]	n [-]	m [-]
490	807	0.012	0.73	0.94

Tabla 2. Constantes del acero Weldom 460 E. Modelo RK

Comportamiento termoviscoplastico (RK)			
B ₀ [MPa]	n ₀ [-]	ε ₀ [-]	D ₁ [-]
983.59	0.17	0.018	0.52
σ ₀ [*] [MPa]	v [-]	m [-]	D ₂ [-]
100	0.107	1.031	0.052

Tabla 3. Constantes físicas del acero Weldox 460 E

Otras constantes físicas		
E_0 [GPa]	θ^* [-]	T_m [-]
212	0.59	1600
C_p [J/kgK ⁻¹]	β [-]	ρ [kgm ⁻³]
470	0.9	7800

Para reproducir el proceso de perforación es necesario utilizar criterios de fallo, los cuales, habitualmente están basados en una deformación de fractura máxima admisible. En este trabajo, se ha tomado una deformación de fractura $\epsilon_f^p = 1.2$ [9], resultado de acoplar la ecuación constitutiva con el criterio de Considere ($d\bar{\sigma}/d\bar{\epsilon}_p = \bar{\sigma}$), dato que concuerda con las observaciones experimentales recogidas en [8], Fig. 4.:

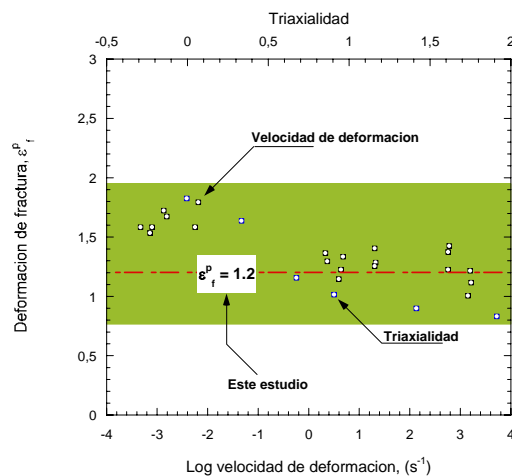


Fig. 4. Deformación de fractura considerada en función de la triaxialidad y de la velocidad de deformación. Comparación con datos experimentales [8]

3. CONFIGURACIÓN NUMÉRICA

La configuración numérica empleada en las simulaciones numéricas está basada en geometría experimental propuesta por Borvik et al. [3] para el impacto de proyectiles sobre placas de acero circulares de diámetro $\Phi = 500\text{mm}$ y espesor $t = 12\text{mm}$, empotradas en su perímetro exterior. Los proyectiles empleados, de diámetro $\phi = 20\text{mm}$ y masa $M_p = 0.2\text{kg}$ corresponden a tres geometrías diferentes: cilíndrica, cónica y hemisférica. El rango de velocidades de impacto consideradas en los ensayos ha sido $180\text{m/s} \leq V_0 \leq 450\text{m/s}$. Teniendo en cuenta que, para evitar su deformación durante el proceso de perforación, los proyectiles han sido mecanizados en un acero con un límite elástico superior al de las placas y posteriormente templados en aceite, estos han sido definidos como sólidos rígidos, lo que permite reducir el tiempo de cálculo. Se han realizado simulaciones utilizando una configuración axilsimétrica y una configuración 3D. La simplificación axilsimétrica del proceso es una práctica común en este tipo de simulaciones con el fin de reducir el tiempo de cómputo

y reproducir los modos de fallo asociados a las diferentes geometrías de proyectil [1-2]. Para ambas configuraciones, la malla óptima se ha obtenido mediante un método de convergencia (estabilidad de los resultados con independencia de la malla). El coeficiente de fricción empleado durante las simulaciones ha sido $\mu = 0.1$ [1-2].

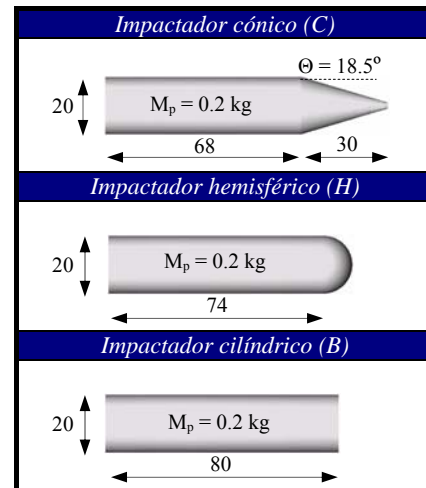


Fig. 5. Geometría de impactores empleados en las simulaciones numéricas

3.1 Configuración axilsimétrica

La malla empleada en las simulaciones se muestra en la Fig. 6. La densidad de malla es mayor en la zona directamente afectada por el impacto, con 60 elementos a lo largo del espesor, y un ratio de aspecto 1:1 (Zukas [11]). A partir de esta zona el tamaño del elemento aumenta progresivamente hasta el perímetro de la placa. Se ha empleado un mallado adaptativo, ALE (Arbitrary Lagrangian- Eulerian) que reduce la distorsión de los elementos durante el proceso de perforación. Este algoritmo disponible en ABAQUS/Explicit combina las características del análisis lagrangiano con las del análisis euleriano, y permite resolver los problemas de convergencia que presentan las mallas lagrangianas. Sin embargo cuando se emplea una configuración 3D los elementos se ven sometidos a niveles inferiores de distorsión por lo que el empleo de este algoritmo no es necesario (Rusinek et al [10]).

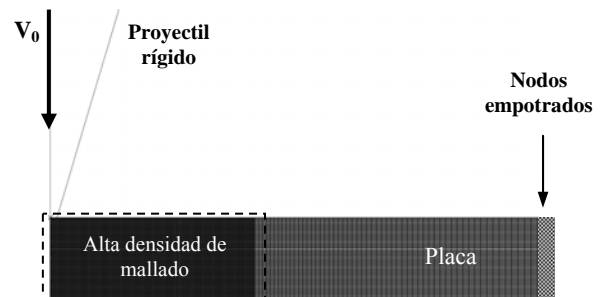


Fig. 6. Configuración axil simétrica empleada en las simulaciones

3.2 Configuración 3D

Recientemente, Rusinek et al [10] han analizado la necesidad de emplear una configuración numérica 3D para reproducir procesos de penetración asociados al fallo no simétrico, tales como el petalling. Dado que este modo de fallo se asocia a proyectiles cónicos cuando se emplean placas de elevado espesor [3], se ha utilizado la configuración 3D para este tipo de impactadores. La malla empleada, formada por un total de 230.000 elementos del tipo C3D8R, presenta simetría radial con el fin de evitar la generación de direcciones preferentes en la propagación de fisuras, Fig. 7.

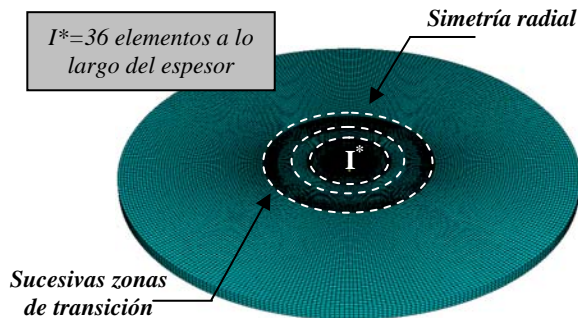


Fig. 7. Malla empleada en las simulaciones 3D

El mínimo tamaño de elemento l_0 define directamente el paso de integración $\Delta t \propto l_0 / C_0$ mediante la ecuación de velocidad de propagación de las ondas elásticas $C_0 = \sqrt{E/\rho}$. Así, si el tamaño del elemento se ve fuertemente reducido, el tiempo de integración también disminuye, $\Delta t \rightarrow 0$, interrumpiendo el proceso de simulación debido a la deformación excesiva de los elementos.

4. ANÁLISIS DEL MODO DE FALLO

4.1 Validación

En este tipo problemas es habitual considerar el límite balístico V_{bl} y el tiempo de fractura como variables de validación de los resultados numéricos [1-2,10]. La Fig. 8.a-b muestra los resultados en términos de velocidad residual y tiempo de fractura para proyectiles cilíndricos y hemisféricos utilizando la configuración axilsimétrica y el modelo de JC. En ambos casos los valores de las predicciones numéricas están próximos a los resultados experimentales.

4.2 Influencia de la configuración numérica y de la ecuación constitutiva

En el caso de proyectiles cónicos además de emplear una configuración axilsimétrica y el modelo de JC, se ha empleado una configuración 3D modelizando el material de la placa con las ecuaciones constitutivas JC y RK. Así, la figura 9 muestra las predicciones de los distintos modelos comparando el valor numérico de velocidad residual con sus valores experimentales. Para altas velocidades, dado que el proceso de perforación está

ligado a una dependencia no lineal con la velocidad de deformación, la ecuación constitutiva RK proporciona una predicción más aproximada de los resultados experimentales. Para valores superiores al límite balístico, la configuración numérica 2D subestima los resultados de velocidad residual, ya no es capaz de reproducir la asimetría de fallo, por *petalling*, característico del problema. En cambio el modelo 3D proporciona resultados plenamente coincidentes con los resultados experimentales y permite un completo análisis de los mecanismos de fallo [9-10]. Fig. 10 muestra la evolución del campo tensional en la placa, distribuido circunferencialmente como consecuencia de la propagación de ondas elásticas y plásticas tras el impacto.

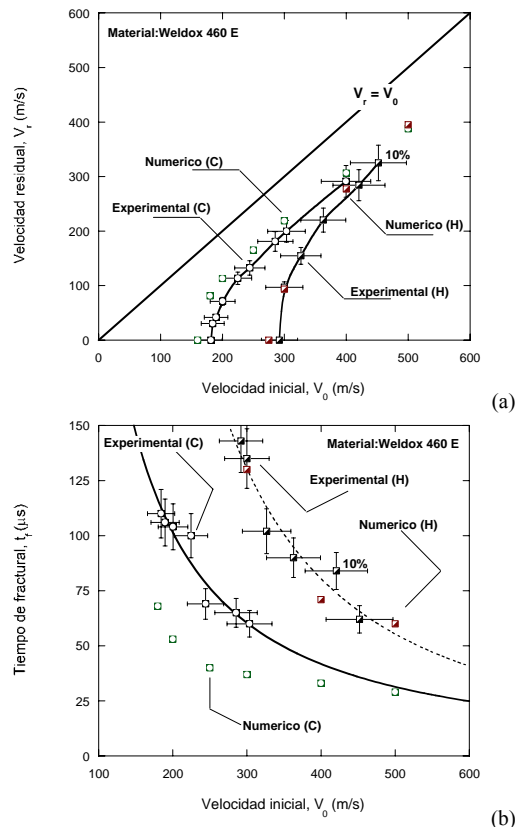


Fig. 8. Datos experimentales y predicción numérica, a) velocidad residual, b) tiempo de fractura

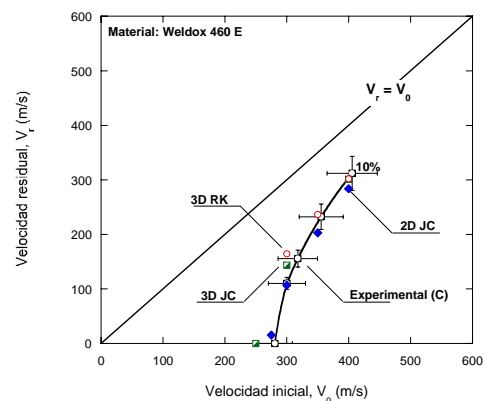


Fig. 9. Predicción de velocidad residual y comparación con los resultados experimentales. Proyectil cónico (C)

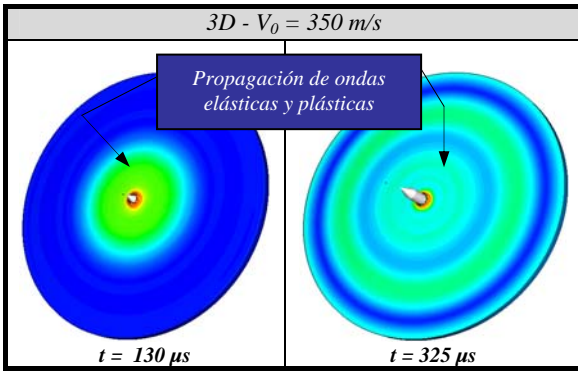


Fig. 10. Distribución de tensión equivalente en placa, con proyectil cónico y ecuación constitutiva **RK**

4.3 Modos de fallo

Las figuras 11, 12 y 13 muestran que el modo de fallo obtenido en las simulaciones utilizando configuración axilimétrica y modelo **JC**, es dependiente del tipo de proyectil de acuerdo con los datos experimentales [3].

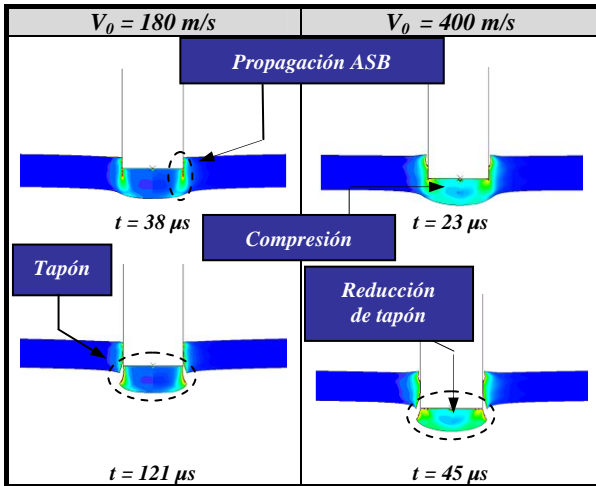


Fig. 11. Deformación plástica de la placa para proyectiles cilíndricos, (a) $V_0 = 180$ m/s, (b) $V_0 = 400$ m/s. Ecuación constitutiva **JC**

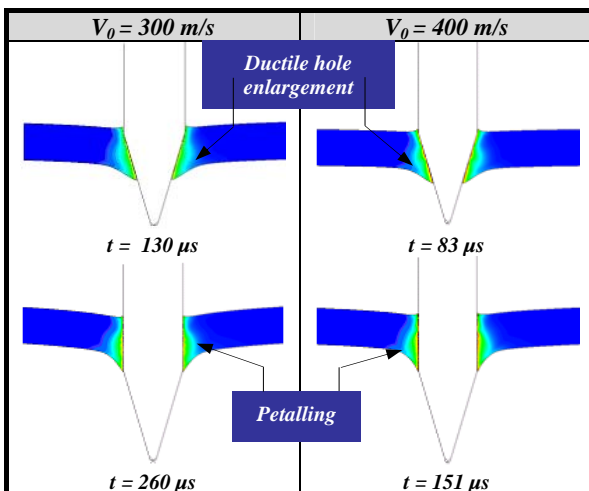


Fig. 12. Deformación plástica de la placa para proyectiles cónicos, (a) $V_0 = 300$ m/s, (b) $V_0 = 400$ m/s. Ecuación constitutiva **JC**

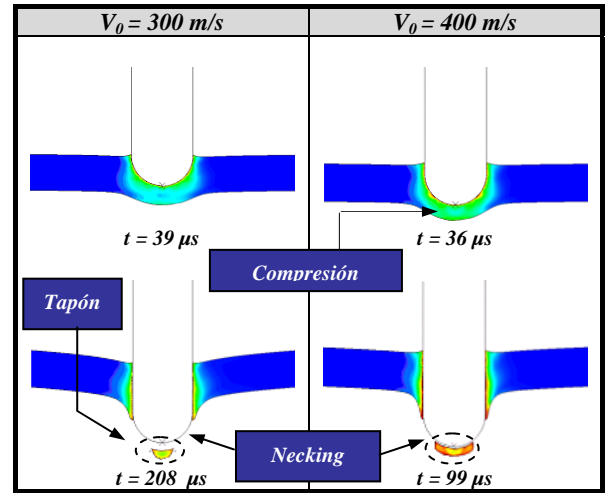


Fig. 13. Deformación plástica del proceso de perforación de proyectiles hemisféricos, (a) $V_0 = 300$ m/s, (b) $V_0 = 400$ m/s. Ecuación constitutiva **JC**

A continuación se analiza el fallo asociado a cada tipo de impactador: cilíndrico, cónico y hemisférico.

a) Proyectiles cilíndricos

Para el caso de proyectiles cilíndricos, ya en los primeros instantes del proceso de perforación se observa la aparición de bandas adiabáticas de cortante, ASB debido a la singularidad geométrica del proyectil. La causa es la restricción al aumento de deformación plástica en las zonas de máxima deformación tangencial, ya que el ablandamiento térmico del material hace que la velocidad de propagación de las ondas plásticas, V_{pp} sea nula, Ec.4:

$$V_{pp} = \sqrt{\partial \sigma / \partial \epsilon^p} / \rho \quad (4)$$

Este fenómeno tiene lugar cuando se alcanza la velocidad crítica de impacto (**CIV**) [1]. Así, la velocidad de propagación de las ASB permanece constante para velocidades de impacto $V_0 \geq 150$ m/s, Fig. 14.

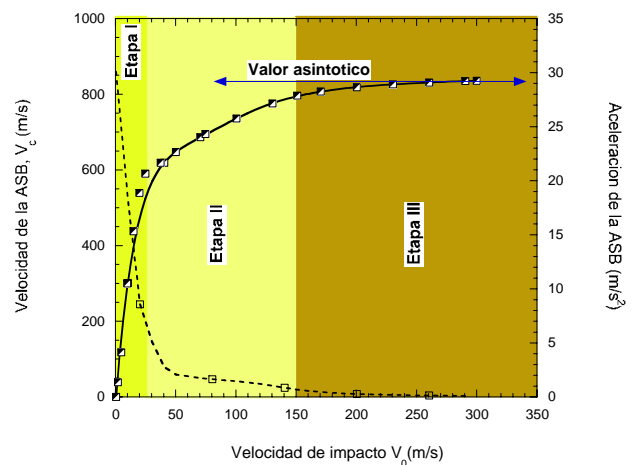


Fig. 14. Velocidad de propagación de la ASB en función de la velocidad de impacto [1]

b) Projectiles cónicos

La perforación se produce mediante un proceso de *ductile hole enlargement*. Este proceso consiste en el desplazamiento del material de la placa, lateralmente a medida que el proyectil avanza, disipando gran cantidad de energía, por deformación plástica y por fricción. Los valores numéricos de trabajo plástico y energía de fricción alcanzan un valor del 95% de la energía cedida por el proyectil.

c) Projectiles hemisféricos

En el caso de emplear proyectiles hemisféricos, se producen estados tensionales de tracción y compresión debido a la flexión incipiente de la placa, lo que reduce el espesor de tapón arrancado en comparación con el correspondiente al proyectil cilíndrico. El modo de fallo de la placa en este caso es combinación de ASB y *necking*, cuya respectiva importancia en el proceso es depende de la velocidad de impacto. Así, este mecanismo de fallo puede considerarse intermedio entre el analizado para impactadores cilíndricos y el observado para impactadores cónicos. De este modo, para proyectiles hemisféricos, la velocidad de impacto influye de modo determinante en la distribución energética de los términos plástico, friccional e inercial, sin que pueda precisarse a priori un término dominante.

5. CONCLUSIONES

El análisis numérico ha permitido obtener las siguientes conclusiones:

La configuración numérica axilsimétrica y el modelo de comportamiento JC permite predecir los modos de fallo asociados a diferentes geometrías de proyectil. Sin embargo, el empleo de la ecuaciones constitutiva de Rusinek-Klepaczko y el uso de configuraciones numéricas 3D resulta necesarios si se pretende realizar un estudio específico del proceso de perforación y sus mecanismos de fallo.

Los impactadores cilíndricos producen el fallo de la placa por la propagación de bandas adiabáticas de cortante generando un tapón de material al final del proceso mientras que los impactadores cónicos producen un estado de compresión radial y alargamiento de la zona impactada. Durante el proceso de perforación de proyectiles hemisféricos se produce una combinación de los mecanismos de fallo anteriores dependiendo de velocidad de impacto.

Los diferentes mecanismos de fallo están asociados a distribución de los términos energéticos del proceso, así en el fallo por alargamiento de la zona impactada, el trabajo plástico es el término dominante; en cambio, los efectos inerciales son los preponderantes en el fallo por propagación de bandas adiabáticas de cortante.

6. AGRADECIMIENTOS

Los investigadores de la Universidad Carlos III de Madrid desean agradecer al Ministerio de Educación (proyecto DPI2005-06769) y a la Comunidad Autónoma de Madrid (proyecto CCG06-UC3M/DPI-0796) el

soporte económico que ha permitido la realización de este trabajo. Los investigadores de la Universidad Paul Verlaine de Metz (LPMM) desean agradecer el soporte financiero recibido del CNRS-France.

REFERENCIAS

- [1] Arias, A., Rodríguez-Martínez, J.A. Rusinek, A. Numerical simulations of impact behaviour of thin steel to cylindrical, conical and hemispherical non-deformable projectiles. *Eng Fract Mech* (2007), doi: 10.1016/j.engfractmech.2007.06.005.
- [2] Rusinek A., Rodríguez-Martínez J.A., Arias, A., Klepaczko J. R., López-Puente J. Influence of conical projectile diameter on perpendicular impact of thin steel plate. *Eng. Fract Mech*(2008), doi: 10.1016/j.engfractmech.2008.01.011
- [3] Borvik, T., Langseth, M., Hopperstad, O.S., Malo, K.A. Perforation of 12 mm thick steel plates by 20 mm diameter projectiles with flat, hemispherical and conical noses Part I: Experimental study. *Int J Impact Engng* 2002;27:19–35.
- [4] Borvik, T., Hopperstad, O.S., Dey, S., Pizzinato, V., Langseth, M., Abertini, C. Strength and ductility of Weldox 460 E steel at high rates, elevated temperatures and various stress triaxialities. *Engng Fract Mech* 2005;72:1071-1087.
- [5] Teng, X., Wierzbicki, T., Hiermaier, S. Rohr, I. Numerical prediction of fracture in the Taylor test. *International Journal of Solids and Structures* 2005;42:pp 2929-2948
- [6] Johnson, G.R., Cook, W.H. A constitutive model and data for metals subjected to large strains, high strain rates and high temperatures. 1983. In: *Proceedings of 7th International Symposium on Ballistics*, pp. 541–547.
- [7] Rusinek, A., Klepaczko, J.R. Shear testing of sheet steel at wide range of strain rates and a constitutive relation with strain-rate and temperature dependence of the flow stress. *Int J Plasticity*. 2001; 17, 87–115.
- [8] Børvik T., Hopperstad O. S., Berstad T., Langseth M. A computational model of viscoplasticity and ductile damage for impact and penetration. *Eur. J. Solid. Mech A*. 2001(20) 685-712
- [9] Rusinek A., Rodríguez-Martínez J. A., Pecherski, R. Klepaczko, J. R., Arias, A. Modelling of the DH-36 and Weldox 460 E steel for a Wide range of strain rates and temperatures, comparison between constitutive relations. *Mat. Sci. Eng-A*. (Submitted)
- [10] Rusinek, A., Rodríguez-Martínez, J.A., Zaera, R., Klepaczko J. R., Sauvelet C., Arias, A. Experimental and numerical analysis of failure process of mild steel sheets subjected to perpendicular impact by hemispherical projectiles. *Int. J. Impact Engng*. (Submitted)
- [11] Zukas, JA, Scheffler, DR. Practical aspects of numerical simulations of dynamic events: effects of meshing. *Int J Impact Engng* 2000: 925–45.

SIMULACIÓN DEL COMPORTAMIENTO EN TOLERANCIA AL DAÑO DE ESTRUCTURAS AERONÁUTICAS

Mario Valle *, Fco Javier San Millán *, Roberto González *, Juan García *, Ángel Salamanca *, Sergio Ulargui *, Federico Martín de la Escalera †

* Instituto Nacional de Técnica Aeroespacial (INTA). Departamento de Materiales y Estructuras
Carretera de Ajalvir km 4. 28850 Torrejón de Ardoz. Madrid, España
e-mail: sanmillan@inta.es, Teléfono: 34 91 520 1629

† Aernnova Engineering Solutions Ibérica (anteriormente Gamesa Desarrollos Aeronáuticos)
Departamento de Integridad Estructural
Avda de Manoteras 20 Ed B 4º planta, 28050 Madrid
e-mail Federico.martindelaescalera@aernnova.com, Teléfono 34 91 383 6264

RESUMEN

Este artículo se ha desarrollado en el seno del proyecto de I+D RIGPAN desarrollado conjuntamente por el Instituto Nacional de Técnica Aeroespacial (INTA) y la empresa aeronáutica Aernnova Engineering Solutions Ibérica (anteriormente Gamesa Desarrollos Aeronáuticos), el cual consiste en el desarrollo de una aplicación informática que, basándose en el criterio de fractura CTOA, y utilizando como código base MSC/NASTRAN, permita simular de forma automatizada la propagación estable de grietas y posterior predicción de resistencia residual de estructuras metálicas de pequeño espesor.

En anteriores trabajos expuestos en los respectivos congresos del GEF del 2006 y 2007, se expone de forma extensa y detallada información sobre conceptos relacionados con CTOA, metodología de simulación de crecimiento de grieta y obtención de curvas de resistencia residual de probetas compactas C(T) a partir de la mencionada aplicación informática. El presente artículo presenta los resultados obtenidos al realizar simulaciones de crecimiento de grieta y resistencia residual de paneles rigidizados utilizando la mencionada herramienta informática, para posteriormente correlar estos resultados con datos experimentales obtenidos a partir de diversas publicaciones.

PALABRAS CLAVE: Panel rigidizado, Mecánica de la Fractura, Tolerancia al Daño, CTOA (Crack Tip Opening Angle), simulación estructural.

1. INTRODUCCIÓN

La tolerancia al daño se define como la capacidad de una estructura aeronáutica para mantener su capacidad de transmisión de carga en presencia de daños producidos por fatiga, condiciones ambientales (corrosión por ejemplo), causas accidentales o debidos a las cargas estáticas y/o cíclicas derivadas de su vida en servicio.

La normativa actual exige que todo elemento estructural de una aeronave (a excepción de algunos componentes de los trenes de aterrizaje, a los que se les exige otro tipo de requisitos) debe ser diseñado de forma que sea seguro ante el fallo o “fail safe”. Esta filosofía de diseño exige que cualquier elemento que haya sufrido cualquier tipo de daño de los descritos previamente, debe mantener su capacidad de transmisión de carga asegurando además una lenta propagación del daño, de forma que éste pueda ser detectado mediante inspecciones antes de que ponga en peligro la integridad estructural de la aeronave. Por lo tanto, resulta indispensable conocer el comportamiento de cualquier

componente estructural dañado, concretamente su resistencia residual, para poder así asegurar un correcto diseño.

Tradicionalmente se ha utilizado la teoría de fractura elástico-lineal para el cálculo de resistencia residual, la cual es aplicable a estructuras con nula o reducida plastificación. Sin embargo, debido al pequeño espesor de las estructuras típicamente aeronáuticas (como el revestimiento de ala y fuselaje por ejemplo), los fenómenos de plasticidad que aparecen en ellas son muy importantes, y la teoría elástico-lineal aporta resultados poco precisos y en ocasiones muy conservativos.

Para solventar este problema, se han desarrollado diferentes criterios de fractura elastoplásticos como la integral J ó los criterios CTOD y CTOA. El criterio conocido como CTOA (ángulo de apertura del extremo de grieta), está siendo utilizado en los últimos años por la NASA, y se está empezando a implantar en importantes empresas aeronáuticas Americanas (Boeing, Lockheed Martin).

En este artículo se describe brevemente la herramienta de simulación desarrollada conjuntamente por el INTA (Instituto Nacional de Técnica Aeroespacial) y la empresa aeronáutica AERNNOVA Engineering Solutions Ibérica, que basada en el criterio de fractura CTOA y utilizando como código base MSC/NASTRAN, permite simular de forma automatizada la propagación o crecimiento de grieta para obtener la curva de resistencia residual de estructuras metálicas de pequeño espesor y efectos de plasticidad importantes.

En el artículo se explican los fundamentos del criterio CTOA, se explica el funcionamiento de la herramienta de simulación desarrollada y finalmente se muestran correlaciones entre resultados numéricos y experimentales obtenidos en el análisis de paneles rigidizados.

El trabajo descrito en el presente artículo ha sido realizado en el seno del proyecto de I+D RIGPAN mediante el cual el INTA y AES pretenden desarrollar nuevas técnicas de simulación que permitan abordar los problemas relacionados con el análisis de tolerancia al daño de estructuras aeronáuticas de una manera más eficiente.

1. FUNDAMENTOS DEL CRITERIO CTOA. OBTENCIÓN EXPERIMENTAL DEL CTOA_c

El criterio CTOA (Crack Tip Opening Angle en sus siglas en inglés) se basa en la hipótesis de que cuando un elemento metálico agrietado es sometido a carga estática, el crecimiento de la grieta se produce cuando los bordes de ésta alcanzan un ángulo determinado CTOA crítico (CTOA_c) (ver Figura 1).

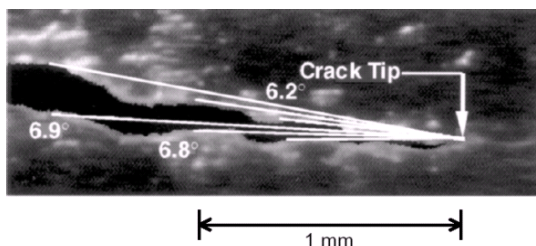


Figura 1: Medición experimental del CTOA [1]

Experimentalmente se ha demostrado [1] que el valor de este ángulo depende únicamente del material (incluyendo tratamientos térmicos) y del espesor. Esta es precisamente la principal ventaja del criterio, ya que su independencia con respecto a la geometría facilita enormemente su utilización.

Los resultados experimentales obtenidos a partir de ensayos de probetas C(T) y M(T), demuestran que el CTOA crítico es constante, a excepción de las fases iniciales del crecimiento de la grieta. Este fenómeno es achacado al estado de deformaciones inducido en el frente de grieta cuando la probeta es sometida a fatiga con el fin de generar la pregrieta [1]. Cuando la grieta

supera la región afectada por este estado de deformaciones, el CTOA crítico toma un valor constante tal y como se puede apreciar en la Figura 2.

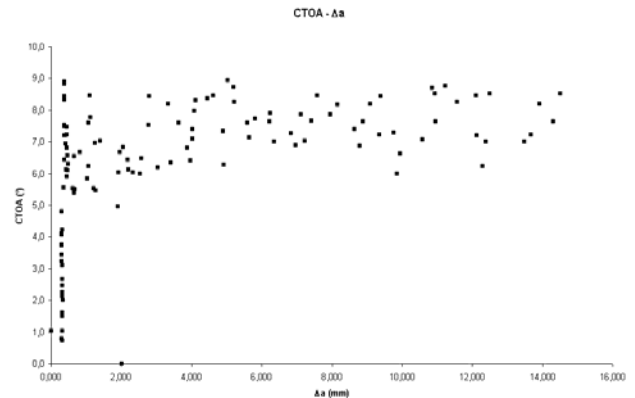


Figura 2: Valores experimentales del CTOA_c para probeta C(T) de 4mm de espesor de Al 7475-T7351 (INTA/AES)

2. DESCRIPCIÓN GENERAL DE LA HERRAMIENTA DE SIMULACIÓN

La herramienta de simulación desarrollada conjuntamente por el INTA y AES, utiliza como código base MSC/NASTRAN [2], el programa de Elementos Finitos de más amplia utilización en la industria aeronáutica. Este programa permite realizar predicciones de resistencia residual y crecimiento de daño en estructuras metálicas dentro del ámbito de la mecánica de fractura elástico lineal, que tal y como se ha justificado anteriormente no da buenos resultados en estructuras de pequeño espesor, lo cual obliga a implementar otro tipo de criterios para simular el crecimiento de grieta en este tipo de estructuras.

Para implementar el criterio CTOA, la simulación del avance o crecimiento de la grieta se realiza mediante la técnica de Nodal Release [3]. Para ello se utilizan modelos de Elementos Finitos (FEM) con un camino de propagación de grieta predefinido. En dicho camino hay nodos duplicados pertenecientes a las mitades superior e inferior de la zona de propagación de grieta del modelo, estando ambos nodos unidos por ligaduras rígidas del tipo Multipunto (MPC). (Ver Figura 4)

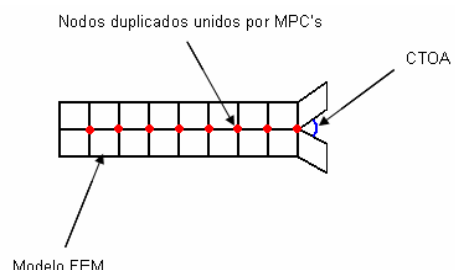


Figura 4: Obtención analítica del CTOA

Una vez lanzado el modelo en NASTRAN, un programa en C++ se encarga de calcular el CTOA en cada subcaso de carga, de forma que cuando se alcanza el CTOA crítico el programa reescribe el archivo de entrada (bdf) borrando la MPC que liga los nodos del frente de grieta, simulando así el avance de ésta. Finalmente, el programa relanza el nuevo archivo bdf, repitiendo el proceso. Conociendo los valores de la carga a los que se suelta cada MPC, podemos obtener la curva de resistencia residual del modelo. Para una descripción mas detallada de la herramienta de simulación existen publicaciones realizadas en el seno de este mismo proyecto de I+D en el que se detalla su funcionamiento [4, 5, 6].

3. HIPÓTESIS GENERALES DEL MODELO MATEMÁTICO

Diversos autores (Seshadri et al, J.C. Newman et al. ó Richard D. Young et al. entre otros [1,7,8]), han realizado trabajos similares al presente, en los que, utilizando diferentes códigos de simulación (STAGS y ZIP3D entre otros) y basándose en el criterio CTOA, obtienen las curvas de resistencia residual de diferentes elementos de pequeño espesor, ya sean probetas M(T) y C(T) o paneles rigidizados.

Como es sabido, cuando un elemento agrietado es sometido a un estado de cargas en modo I, se induce un estado triaxial de esfuerzos en una región próxima al borde de grieta. Este efecto es debido a que el esfuerzo normal al plano de fractura hace que el material del borde de grieta tienda a contraerse en dirección 'z' debido al efecto Von Mises, mientras que el material colindante trata de impedirlo, generándose el mencionado estado triaxial de esfuerzos en el borde de la fisura, el cual induce un estado de esfuerzos de deformación plana en las proximidades del borde de grieta

De acuerdo con esta hipótesis, los autores mencionados definen en los modelos de elementos finitos descritos en sus artículos, una región alrededor de la zona de propagación de la grieta de elementos con estado de deformación plana. Los resultados presentados en este artículo se han obtenido considerando que los elementos estudiados trabajan bajo un estado plano de esfuerzos. Esta consideración es debida a que el estado triaxial de esfuerzos, se desarrolla cuando el elemento agrietado posee un espesor considerable. La ASTM define un criterio para estimar el espesor mínimo necesario para que se desarrolle el mencionado estado de esfuerzos, siendo este:

$$t_{\min} > 2.5 \cdot \left(\frac{K_{IC}}{\sigma_{TY}} \right)^2 \quad (1)$$

Para aleaciones de aluminio, el valor de K_{IC} suele ser del orden de $1200 \text{ MPa} \cdot \sqrt{\text{mm}}$, mientras que el límite elástico suele ser del orden de 300 MPa. Para estos valores se obtiene un espesor mínimo de 40mm, es decir, espesores mucho mayores que los utilizados en los elementos que son objeto de estudio en el presente artículo. Por lo tanto, se puede afirmar que el problema es puramente bidimensional lo cual simplifica considerablemente los modelos FEM con el consiguiente ahorro de tiempo de cálculo.

Esta afirmación se ve confirmada al observar el modo de rotura de las probetas que están siendo ensayadas dentro del proyecto RIGPAN. En éstas se aprecia una superficie de rotura que forma un bisel a 45° con respecto al plano perpendicular al de aplicación de la carga (ver Figura 5), siendo este el modo de rotura típico de piezas que sufren una rotura dúctil a consecuencia del estado plano de esfuerzos. Por el contrario, una pieza sometida a un estado plano de deformaciones sufre una rotura frágil debido al estado triaxial de esfuerzos al que está sometido el material en las proximidades del frente de grieta, la cual presenta una superficie de fractura perpendicular a la dirección de aplicación de la carga.



Figura 5: Detalle de la superficie de rotura de probeta C(T) ensayada por INTA/AES

6. DESCRIPCIÓN DE LOS PANELES RIGIDIZADOS

Se han realizado dos modelos de elementos finitos a partir de dos paneles reforzados cuyo estudio, que ha sido realizado y publicado por la NASA, se detalla en la referencia [7]. Se trata de dos paneles integrales de aluminio a los cuales, tras realizarles una pregrieta, fueron sometidos a una carga de tracción cuasiestática obteniendo así las curvas de resistencia residual correspondientes.

El primer espécimen se trata de un panel integral con 5 larguerillos fabricado en aluminio 2024-T351 y ensayado por ALCOA. Tal y como se aprecia en la Figura 6, el panel presenta una pregrieta de 250mm que secciona completamente el larguerillo central. Según se describe en la referencia [7], la grieta progresó a través de los larguerillos adyacentes antes de que el panel fallara. Tal y como se describe más adelante, el gestor de grieta permite simular este fenómeno.

Los datos experimentales disponibles del ensayo de este panel son muy escasos, y únicamente es conocido el valor máximo de la carga residual, siendo ésta de 1200kN [7].

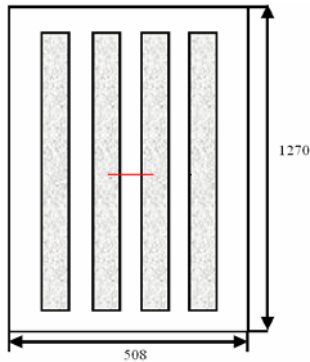


Figura 6: Vista superior del panel ensayado en ALCOA, en la que se detalla la posición de la pregrieta [7]

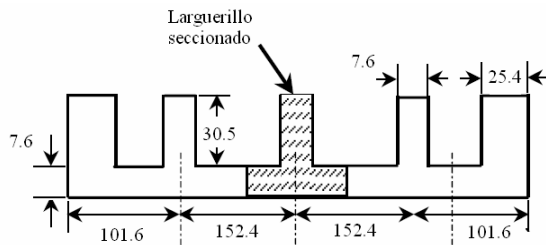


Figura 7: Corte transversal del panel, en el que se aprecia la localización de la grieta y el larguerillo seccionado [7].

El segundo panel estudiado se trata de un panel reforzado con 5 larguerillos en Z fabricado en aluminio 7475-T7351, al que se le realizó una grieta de 150mm en una de las bahías. (Figuras 8y 9)

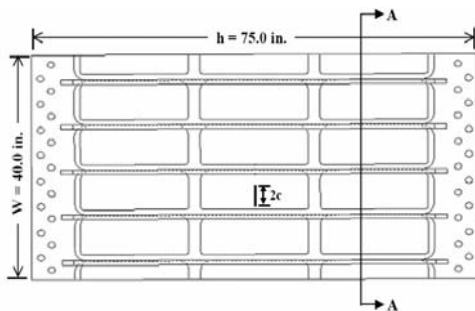


Figura 8: Vista superior del panel ensayado por la NASA, en la que se detalla la posición de la pregrieta [7]



Figura 9: Detalle de las dimensiones y la posición de la pregrieta [7]

7. MODELO FEM DE LOS PANELES RIGIDIZADOS

Ambos paneles se han modelizado con elementos placa tipo QUAD4, definiendo además una malla más fina en la zona de propagación de la grieta con el fin de obtener resultados mas precisos.

Para definir el material, se han tenido en cuenta los fenómenos de plastificación dominantes en la proximidad del borde de grieta, con lo que con el fin obtener resultados realistas se ha definido un modelo de material elastoplástico y se ha utilizado análisis no lineal. En todos los modelos FEM del presente trabajo, se ha introducido un modelo de material elastoplástico obtenido a partir de las expresiones de Ramberg-Osgood [9] correspondientes a cada aleación.

Cabe destacar, que la situación de la grieta en el panel ensayado por ALCOA hace que el problema sea doblemente simétrico. Esta condición permite simplificar considerablemente el modelo ya que bastará con modelizar únicamente un cuarto del panel (ver Figura 10), lo cual implica un considerable ahorro de tiempo de cálculo

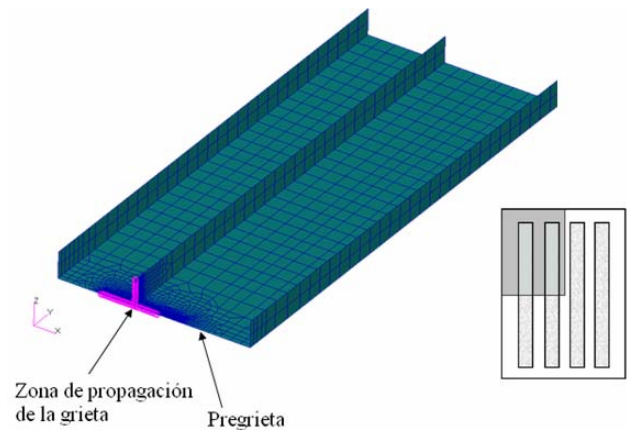


Figura 10: Modelo FEM del panel de ALCOA

Tal y como se ha adelantado, los resultados experimentales demuestran que la grieta se propaga a través de los larguerillos adyacentes antes de que el panel falle. Suponiendo, dada la naturaleza del problema, que la propagación de la grieta es simétrica respecto del plano YZ, nos encontramos que cuando la grieta llega a los larguerillos habrá cuatro frentes de propagación de grieta. Como se ha considerado el problema simétrico respecto a los planos XZ y YZ, en el modelo únicamente habrá dos frentes de propagación, un frente en la chapa y otro en el larguerillo. Para simular este efecto en el modelo de elementos finitos, una vez la grieta ha alcanzado el larguerillo, el programa en C++ calcula independientemente el valor del CTOA en el frente del larguerillo y en el de la chapa, de forma que la grieta avanzará en el frente que alcance antes el CTOA crítico.

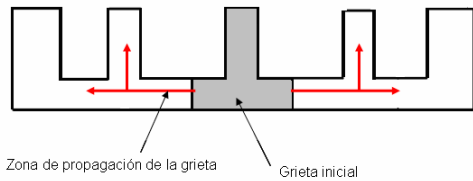


Figura 11: Frentes de propagación de la grieta en el panel de ALCOA

Por el contrario, los datos experimentales del panel ensayado en la NASA demuestran que el panel falla antes de que la grieta llegue a alguno de los dos larguerillos adyacentes, sin embargo, dado que en este caso el problema es simétrico únicamente respecto del plano XZ, se debe simular el avance de la grieta en ambos extremos, para lo cual se ha utilizado el procedimiento descrito anteriormente.

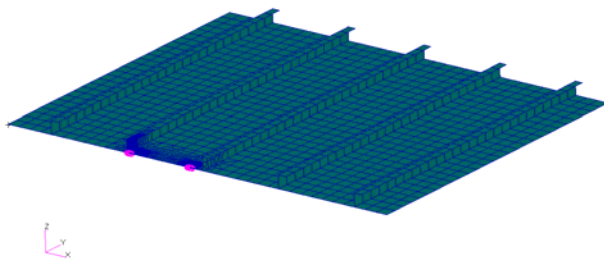


Figura 12: Modelo FEM del panel ensayado por la NASA

Los valores de $CTOA_c$ utilizados en cada caso, han sido obtenidos de la referencia [7]. Dado que en ambos paneles la grieta progresa por regiones de espesor constante, el valor del $CTOA$ crítico utilizado en cada uno de los modelos también lo será siendo de $5,1^\circ$ para el panel ensayado por ALCOA y de $6,5^\circ$ para el panel de la NASA.

8. ANÁLISIS Y CORRELACIÓN DE LOS RESULTADOS ANALÍTICOS

Los análisis se han realizado mediante la sol 106 de NASTRAN (análisis no lineal) presentándose diversos problemas de convergencia, lo que ha obligado a realizar un gran número de iteraciones (en todos los modelos se han definido 5 subcasos de carga y se ha fijado un máximo de 80 iteraciones en cada uno de ellos).

Para modelizar la carga introducida por las máquinas de ensayo, se ha aplicado un desplazamiento forzado en uno de los extremos de cada panel. Se ha observado que la solución obtenida depende de la magnitud de este desplazamiento forzado, obteniendo curvas de resistencia residual más altas cuanto mayor es la carga aplicada.

Con el fin de estudiar el efecto del tamaño de la malla en los resultados, se han definido diferentes mallados en

la zona de propagación de la grieta de cada uno de los modelos, comprobando que para elementos menores de 1mm de lado, los problemas de convergencia se acentúan notablemente.

Así mismo se ha observado que, al igual que lo que ocurre con la magnitud de la carga aplicada, el tamaño de la malla también tiene influencia sobre los resultados finales, obteniendo curvas de resistencia residual más altas al utilizar elementos de mayor tamaño.

A continuación se presentan los resultados obtenidos y su comparación con resultados experimentales, así como el tamaño de malla y el valor del desplazamiento forzado aplicado en cada caso.

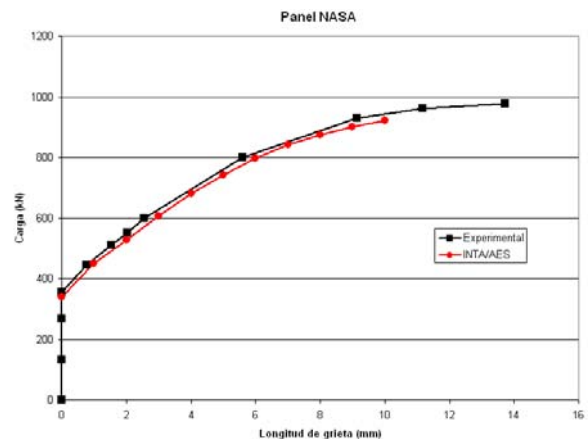


Figura 13: Correlación de resultados obtenidos con el panel de la NASA (0.25mm de desplazamiento aplicado y malla de 1mm de lado)

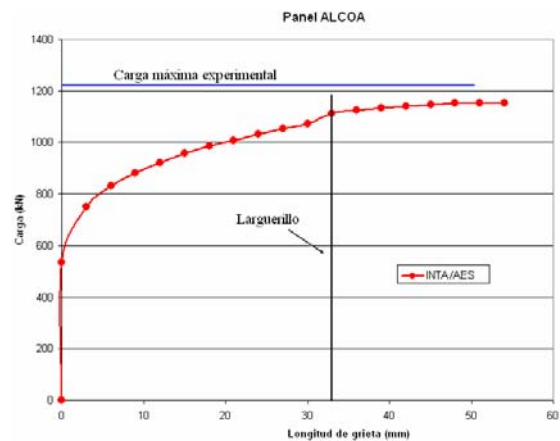


Figura 14: Correlación de resultados obtenidos con el panel de ALCOA (1mm de desplazamiento y malla de 3mm de lado)

Como puede verse en las figuras 13 y 14 se ha obtenido una buena correlación entre los resultados experimentales y analíticos. En el caso del panel de la NASA, se observa que la curva obtenida es prácticamente idéntica a la experimental, mientras que en el caso del panel de ALCOA, se obtiene una curva con un comportamiento coherente, al presentar un aumento de la resistencia residual del mismo al acercarse la grieta al larguerillo.

9. CONCLUSIONES

1. Se ha demostrado que se pueden obtener resultados precisos de cálculo de resistencia residual y de simulación de propagación de grieta empleando el criterio CTOA y utilizando MSC/NASTRAN como código base.
2. La calidad de los resultados obtenidos demuestran que la hipótesis realizada al considerar un estado plano de esfuerzos en la zona de propagación de la grieta es válida, lo cual permite la utilización de modelos bidimensionales en este tipo de análisis, con el considerable ahorro de tiempo de cálculo que esto conlleva.
3. Con el fin de evitar problemas de convergencia, es conveniente que el programa realice un gran número de iteraciones en el proceso de cálculo (en todos los modelos analizados se ha fijado un máximo de 80 iteraciones por cada subcaso de carga).
4. Se ha observado que modelos con una malla excesivamente fina en la zona de propagación de la grieta presentan mayores problemas de convergencia.
5. Así mismo, se ha comprobado que los resultados obtenidos dependen del tamaño de la malla utilizada en la zona de propagación de la grieta y de la magnitud del desplazamiento forzado aplicado.

Para un mismo valor de desplazamiento forzado, se obtienen valores más altos de resistencia residual cuanto más grosera es la malla en la zona de propagación de la grieta. Del mismo modo, para un mismo tamaño de malla se obtienen valores de resistencia residual mayores cuanto más alto es el desplazamiento forzado aplicado.

Actualmente se está estudiando esta dependencia con el fin de hallar una expresión que permita obtener el desplazamiento forzado a aplicar en función del tamaño de malla definido en el modelo.

10. TRABAJOS FUTUROS

Debido a la escasa o nula documentación existente relativa a los valores del CTOA_c de diferentes aleaciones muy utilizadas en la industria aeronáutica, el INTA, en colaboración con AES Ibérica, está llevando a cabo una campaña de ensayos de probetas C(T) en aleaciones Al 2024-T3 Sheet, Al 7475-T761 Clad Sheet y Al 7475-T7351 Plate.

Además de estos ensayos a nivel probeta, se han fabricado dos paneles reforzados integrales fabricados en Aluminio 7475 para ser ensayados con el fin de

obtener sus curvas de resistencia residual, para posteriormente correlarlas con resultados analíticos obtenidos con el gestor de grieta descrito en el presente artículo.

Así mismo, se está estudiando la dependencia de los resultados con respecto al tamaño de malla y el desplazamiento forzado aplicado, con el fin de obtener una expresión que ligue estas dos variables y permita obtener el desplazamiento forzado a aplicar para cada tamaño de malla.

En un futuro también se tiene previsto realizar este tipo de simulaciones a nivel de componente completo y aeronave completa (Full Scale).

REFERENCIAS

- [1] J.C. Newman Jr, M.A. James, U. Zerbst. "A review of the CTOA/CTOD fracture criterion"
- [2] MSC Software Corporation, "MSC NASTRAN 2004 Reference Manual"
- [3] Anderson, T.L. "Fracture Mechanics: Fundamentals and Applications", CRC Press, 1995.
- [4] F. Martín de la Escalera, E. Mirón, S. Santos, J. Fernández Sáez "Métodos Computacionales Aplicados a la Resistencia Residual de Paneles de Ala o Fuselaje", Anales de Mecánica de Fractura Vol. I (2006), pp 293-303.
- [5] F. Martín de la Escalera, S. Santos, "Obtención de curvas de resistencia residual en probetas M(T) y C(T) mediante criterio de CTOA", Revista Internacional de Métodos Numéricos para el Cálculo y diseño en Ingeniería Centro Internacional de Métodos Numéricos en Ingeniería, CIMNE" Vol. 23 n°1 (2007).
- [6] Martín de la Escalera, J. García Martínez, F. Longo Gregorio, Á. Salamanca García. "Ensayos de progreso de grieta en probetas de aluminio de espesor delgado, correlación con modelo matemático", XXIV encuentro del Grupo Español de Fractura GEF 2007.
- [7] B. R Seshadri, M. A. James, W. M. Johnston, Jr. , R. D. Young , J.C. Newman, Jr. "Recent developments in the analysis of monolithic structures at NASA Langley"
- [8] D.S Dawicke and J.C. Newman, Jr. "Residual strength predictions for multiple site damage using a three dimensional finite element analysis and CTOA criterion"
- [9] Department of Defence, United States of America. "Metallic materials and elements for aerospace vehicle structures MIL-HDBK-5H"

OBTENCIÓN DE CURVAS J- Δa DE UNA ALEACIÓN X-750 A PARTIR DE LOS RESULTADOS DEL ENSAYO RISING LOAD TEST Y DE LAS CURVAS ISO-a OBTENIDAS POR MEDIO DE ELEMENTOS FINITOS

D. Ferreño ⁽¹⁾, S. Cicero ⁽²⁾, R. Lacalle ⁽¹⁾, I. Gorrochategui ⁽³⁾, F. Gutiérrez-Solana ⁽¹⁾

*(1) Laboratorio de Ciencia e Ingeniería de los Materiales
E.T.S. Ingenieros de Caminos, Canales y Puertos. Universidad de Cantabria.
Avda. Los Castros s/n. 39005 – Santander – España.*

*(2) INESCO Ingenieros S.L.
E.T.S. Ingenieros Industriales y Telecomunicaciones, CDTUC, Módulo 203, Fase A. Universidad de Cantabria.
Avda. Los Castros s/n. 39005 – Santander – España.*

*(3) NUCLENOR, S.A.
C/ Hernán Cortés 26. 39003 – Santander – España.*

Resumen: El ensayo Rising Load Test (RLT) permite evaluar la susceptibilidad frente a corrosión bajo tensión intergranular (IGSCC) de la aleación X-750. Se trata de un ensayo de flexión en tres puntos de probetas entalladas y prefisuradas de reducidas dimensiones en el que se compara la respuesta en aire con la producida en un ambiente agresivo (agua a 93°C) en condiciones de velocidad de deformación constante. El ensayo clasifica cada material atendiendo simultáneamente al valor del factor de intensidad de tensiones desarrollado para la máxima carga registrada y al tiempo desarrollado por la carga para descender desde el valor máximo hasta la mitad del mismo. Se trata, en resumidas cuentas, de una medida conjunta de tenacidad y velocidad de propagación de fisura.

En este trabajo se analiza, por medio del ensayo RLT, la respuesta frente a IGSCC de una aleación X-750 sometida a diversos tratamientos térmicos. Complementariamente, se ha desarrollado un modelo de Elementos Finitos para obtener las curvas iso-a (sin propagación) para diferentes longitudes de prefisura. Combinando las curvas experimentales con los resultados del modelo numérico es posible obtener las curvas J- Δa del material X-750, en ensayos al aire y en medio agresivo, respectivamente. En este artículo se recoge una metodología detallada de análisis.

Abstract: The Rising Load Test (RLT) permits to evaluate the susceptibility to Intergranular Stress Corrosion Cracking (IGSCC) showed by X-750 Alloy. It consists of a three point bending test of notched and precracked small specimens, in which the response in air and in an aggressive environment (water at 93°C), under displacement control, is compared. The test classifies each material depending on the value of the stress intensity factor for the maximum load and, also, on the time for the load to drop from maximum to half maximum. It is, in summary, a measurement of toughness together with a measurement of crack propagation speed.

In this paper the response to IGSCC of an X-750 Alloy under different heat treatments means of the RLT is presented. In addition, a Finite Element model has been developed to obtain the iso-a curves (without propagation) for different initial crack lengths. By combination of the experimental curves with the results of the numerical model it is possible to obtain the J- Δa curves of the X-750 material under, in air and water, respectively. In this paper, a detailed analysis methodology is presented.

Palabras clave: X-750, Rising Load Test, Modelo de Elementos Finitos, Curvas J- Δa .

1.- ANTECEDENTES

En los años ochenta se registraron varios fallos catastróficos en las vigas soporte de las bombas de chorro que forman parte del sistema de recirculación de los reactores nucleares de agua en ebullición (BWR). Dichos fallos obedecían al desarrollo de fisuras intergranulares por corrosión bajo tensión (IGSCC, en adelante). La combinación de un exigente estado tensional, la presencia del ambiente agresivo propio del reactor y la susceptibilidad inherente del material conforman la combinación de causas que da origen a esta situación. Puesto que se trata de elementos de

elevada responsabilidad cuya rotura conlleva la parada de la central con el consiguiente perjuicio económico, la empresa General Electric propuso una serie de medidas paliativas que pueden clasificarse como sigue:

- Reducción de la precarga. Ésta se aplica a las vigas para evitar las vibraciones propias de las bombas.
- Mejora del diseño de las vigas atenuando la concentración de tensiones.
- Aplicación de un tratamiento térmico sobre la viga generador de microestructuras más adecuadas, menos susceptibles frente a IGSCC.

Dependiendo de la época de construcción de cada central, algunas vigas cuentan con la totalidad de estas mejoras, con alguna de ellas o con ninguna, según los casos.

En un trabajo anterior [1], disponiendo de un lote de vigas sobre las que se habían implementado las dos primeras medidas paliativas, pero no la tercera, se desarrolló un análisis del impacto de los diferentes tratamientos térmicos contemplados en la bibliografía sobre la respuesta frente a IGSCC a través del ensayo Rising Load Test (RLT).

Los tratamientos comparados son los que aparecen en la Tabla 1. Es preciso destacar que el tratamiento que aquí figura con el índice 3 (AH) es el que fue aplicado con asiduidad en los años 70 en las mismas vigas que posteriormente manifestaron problemas de fisuración asistida por el ambiente.

Por otra parte, los tratamientos HTH provienen de las recomendaciones efectuadas por el EPRI (*Electric Power Research Institute*) sobre el tratamiento térmico óptimo para las vigas de la aleación X-750. En dichas recomendaciones aparecen valores imprecisos, en forma de intervalos, para los tiempos y temperaturas de solubilización y envejecimiento, sin especificar los medios de enfriamiento. En la Tabla 1 se han incluido diferentes posibilidades de tratamiento HTH, de acuerdo con los márgenes contemplados por el EPRI.

Tabla 1: Tratamientos térmicos estudiados [1]

TRATAMIENTO 1: HTH, O			
Solubilización	Temple	Envejecimiento	Enfriamiento
1h, 1093 °C	Aceite	20h, 704 °C	Aire
TRATAMIENTO 2: HTH, 7S, A			
Solubilización	Enfriamiento	Envejecimiento	Enfriamiento
7h, 1093 °C	Aire	20h, 704 °C	Aire
TRATAMIENTO 3: AH			
Calentamiento	Enfriamiento	Enfriamiento	Mantenimiento
600 – 982 °C	885 °C, 24h	Aire	24 h, 704 °C
TRATAMIENTO 4: HTH,+S,O			
Solubilización	Temple	Envejecimiento	Enfriamiento
1.5h 1093 °C	Aceite	20h, 704 °C	Aire
TRATAMIENTO 5: HTH, LTS, O			
Solubilización	Temple	Envejecimiento	Enfriamiento
1h, 1066 °C	Aceite	20h, 704 °C	Aire
TRATAMIENTO 6: HTH, O, HTA			
Solubilización	Temple	Envejecimiento	Enfriamiento
1h, 1093 °C	Aceite	20h, 750 °C	Aire
TRATAMIENTO 7: HTH, A			
Solubilización	Enfriamiento	Envejecimiento	Enfriamiento
1h, 1093 °C	Aire	20 h, 704 °C	Aire

El ensayo RLT [2] es un ensayo de flexión en tres puntos de probetas entalladas y prefisuradas de reducidas dimensiones en el que se compara la respuesta en aire con la producida en un ambiente agresivo (agua desaireada a 93°C con circulación de argón) en condiciones de velocidad de deformación constante. La

Figura 1 presenta, a modo de ejemplo, los resultados obtenidos en el caso del tratamiento térmico HTH, A, recogido en la Tabla 1. Como puede apreciarse, el efecto ambiental se traduce en una reducción de la carga máxima registrada junto con un incremento en la pendiente de la rama de descarga.

En este sentido, la norma de ensayo clasifica cada material atendiendo simultáneamente al valor del factor de intensidad de tensiones desarrollado para la máxima carga registrada y al tiempo desarrollado por la carga para descender desde el valor máximo hasta la mitad del mismo. Se trata, en resumidas cuentas, de una medida conjunta de la tenacidad en el momento de la iniciación y de la velocidad de propagación de fisura en ambiente agresivo.

De acuerdo con esta clasificación, cada tratamiento térmico puede ser considerado como de Clase I (efecto ambiental severo, tratamiento rechazable), Clase II (efecto significativo del ambiente) o Clase III (efecto despreciable; comportamiento óptimo). Además, dentro de la Clase III se distingue entre los Grados A y B siendo éste menos favorable que el anterior. Los resultados obtenidos en [1] se presentan en la Tabla 2.

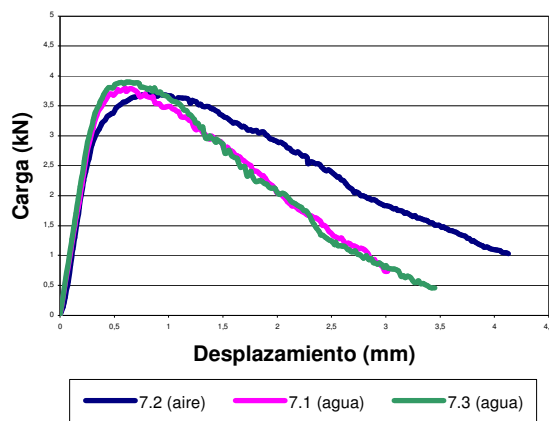


Figura 1: Resultados del ensayo RLT al aire y en agua del tratamiento 7 (HTH, A) [1]

Tabla 2.: Clasificación de los tratamientos térmicos estudiados [1]

TRATAMIENTO	CLASIFICACIÓN
1: HTH, O	Clase III, Grado A
2: HTH, 7S, A	Clase III, Grado A
3: AH	Clase I, Rechazable
4: HTH, +S, O	Clase III, Grado A
5: HTH, LTS, O	Clase III, Grado A
6: HTH, O, HTA	Clase III, Grado B
7: HTH, A	Clase III, Grado A

La principal característica reseñable de estos resultados es el rechazo del tratamiento térmico 3 (AH), sospechoso a priori de ser el responsable de la susceptibilidad del material frente a la corrosión intergranular.

Por otra parte, en [1] se incluye un estudio de optimización de los parámetros del tratamiento térmico

HTH realizado por medio de análisis de microestructura (microscopía óptica y electrónica de barrido, SEM), tamaño de grano, dureza y microdureza. Las conclusiones de este trabajo señalan al tratamiento térmico 7 (HTH, A) como el más adecuado para resolver la problemática planteada. Se trata de un proceso tipo HTH consistente, tras optimizar los parámetros, en una etapa de solubilización de 1h a 1093°C seguida de un envejecimiento de 24h a 704 °C.

2.- OBJETIVOS

Como se ha mencionado en el apartado anterior, los criterios empleados por el ensayo RLT suponen una evaluación de la tenacidad en el momento de la iniciación y, por otra parte, de la velocidad de propagación de fisura. En lo que respecta a esta segunda condición, la norma establece diferentes categorías en función del tiempo desarrollado entre el instante en el cual se alcanza el máximo de la curva y el momento en el que la carga se reduce a un 50% de dicho valor.

A partir de las curvas experimentales propias del ensayo RLT es posible obtener las curvas $J-\Delta a$ del material, lo cual resulta sumamente interesante desde el punto de vista de la Mecánica de Fractura. Para ello puede hacerse uso de la definición de J como tasa de liberación de energía (1):

$$J = -\frac{1}{B} \left(\frac{\partial U}{\partial a} \right)_{\Delta} \quad (1)$$

En la expresión anterior, 'B' representa el espesor de la probeta, 'U' la energía de deformación, 'a' la longitud de fisura y ' Δ ' el desplazamiento experimentado por la probeta en el ensayo. De esta forma, el término entre paréntesis se interpreta como la variación en la energía de deformación ante un pequeño crecimiento de fisura siendo constante el desplazamiento de la probeta.

Basándose en la expresión anterior, en [2] se describe un procedimiento, propuesto originalmente por Landes y Begley [3, 4], para la obtención de las curvas $J-\Delta$, el cual se resume en la Figura 2.

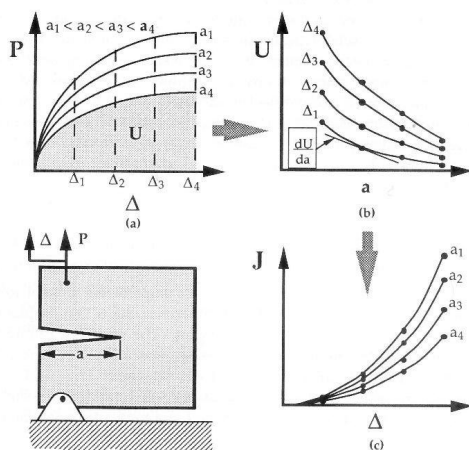


Figura 2: Descripción del procedimiento para la obtención de las curvas $J-\Delta$ [2]

Como se demuestra en este artículo, conociendo las curvas iso-a y empleando una estrategia inspirada en el procedimiento de la Figura 2, es posible obtener las curvas $J-\Delta a$ del material (véase el Apartado 4). Las curvas iso-a se identifican con la curva experimental que se registraría suponiendo que no se produce ningún avance en la fisura. Evidentemente, no es posible su obtención experimental, puesto que en un ensayo de fractura lo que se busca es, precisamente, un crecimiento de fisura; sin embargo, pueden obtenerse numéricamente, por medio de un modelo de Elementos Finitos, como se explica en el Apartado 3.

3.- MODELO DE ELEMENTOS FINITOS

Para la obtención de las curvas iso-a se ha elaborado un modelo de Elementos Finitos 3D que reproduce las condiciones del ensayo RLT, es decir, un proceso de flexión en tres puntos sobre probeta prefisurada. Puesto que se busca obtener las curvas iso-a, el modelo no incluye ninguna condición de propagación de fisura. El pre y post proceso fue realizado con ABAQUS CAE [5] y el cálculo con ABAQUS Standard [6, 7]. La Figura 3 recoge una perspectiva de uno de los modelos desarrollados, durante el proceso de carga, representando sobre el mismo la distribución de tensiones de von Mises. Como puede apreciarse, las condiciones de contorno del ensayo han sido impuestas modelando los apoyos de la probeta y el elemento indentador, junto con los correspondientes contactos.

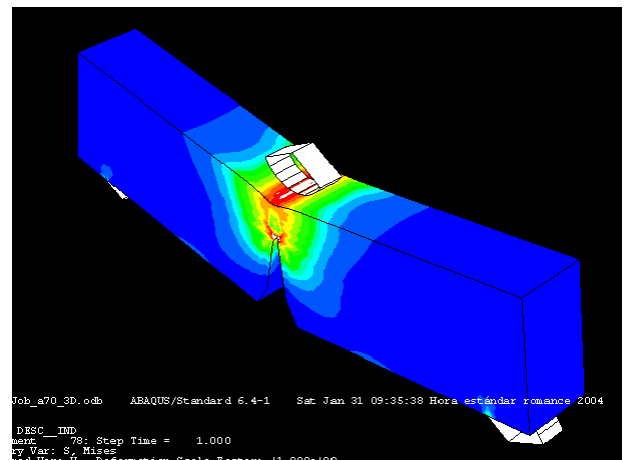


Figura 3: Perspectiva del modelo de Elementos Finitos simulando el ensayo RLT

A partir del modelo anterior se han generado las curvas iso-a para un número importante de valores de fisura comprendidos entre $a=5.2$ mm y $a=8.5$ mm, véase la Figura 4. El primer valor se corresponde con la mínima longitud de prefisura obtenida experimentalmente (por fatiga) mientras que el segundo límite está relacionado con la máxima longitud de fisura esperable tras finalizar el ensayo.

La calidad del modelo numérico ha sido contrastada por dos caminos independientes. En primer lugar, superponiendo las curvas experimentales y comprobando que éstas se solapan, en la parte previa a

la propagación de la fisura, con la curva iso-a correspondiente. En la Figura 5 se aprecia una de las curvas experimentales superpuesta sobre las curvas iso-a de origen numérico. La longitud de fisura de esta probeta, medida tras finalizar el ensayo, fue $a=5.7$ mm. Como puede apreciarse en la Figura 5, se alcanza un buen nivel de acuerdo con la curva iso-a correspondiente, previo al comienzo de la propagación.

Por otra parte, tras finalizar cada ensayo, se ha medido la longitud final de la fisura empleando para ello un tintado previo a la rotura física de la probeta en dos partes (tras inmersión en nitrógeno líquido, para fragilizar el material). Por ejemplo, en el caso de la probeta representada en la Figura 5 se ha establecido una longitud final de fisura próxima a los 8.5 mm, que es coherente con la comparación que se recoge en la figura.

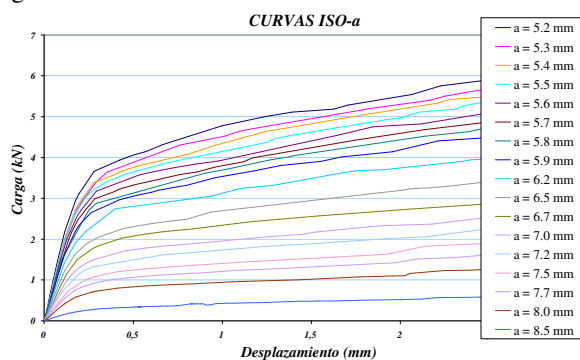


Figura 4: Curvas iso-a obtenidas por medio del modelo de Elementos Finitos

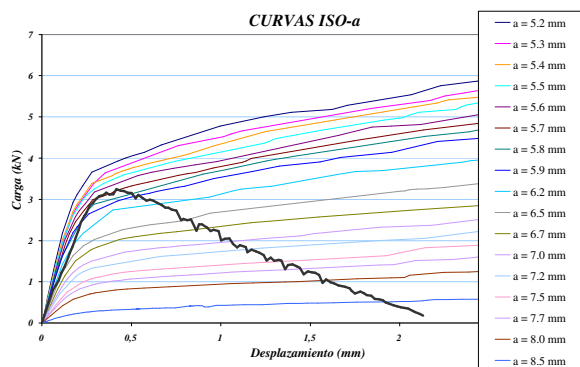


Figura 5: Comparación de una curva experimental con las curvas iso-a obtenidas por Elementos Finitos

4.- OBTENCIÓN DE LAS CURVAS J- Δ a

En este trabajo, de carácter preliminar, se han estudiado dos familias de tres probetas cada una. De cada familia, dos de las probetas han sido ensayadas en agua y la restante en aire, como se establece en la norma de ensayo.

En primer lugar, para cada una de las probetas puede obtenerse la velocidad de propagación de fisura. Así, entrando, por ejemplo en la Figura 5, puede conocerse el valor de la fisura en función del desplazamiento del cabezal, en abscisas. Puesto que el ensayo se realiza en

control de desplazamientos (velocidad constante del cabezal), se obtienen de forma inmediata las curvas representadas en la Figura 6. Como puede apreciarse, pueden distinguirse claramente dos familias de puntos correspondientes con ensayos realizados en aire y en agua, siendo éstos los que manifiestan una mayor velocidad de propagación. Se observa, además, que el avance de la fisura se manifiesta como sensiblemente lineal con el tiempo.

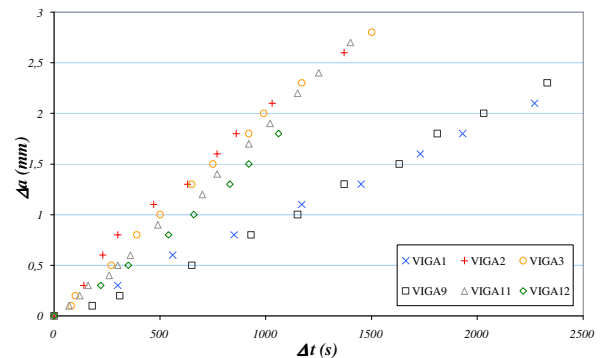


Figura 6: Representación de la evolución de la fisura en función del tiempo

Por otra parte, siguiendo el procedimiento que se detalla seguidamente, es posible obtener las curvas J- Δ a a partir de las curvas experimentales combinadas con las curvas iso-a, de origen numérico:

- En primer lugar se ha obtenido, integrando (numéricamente) cada curva iso-a, la familia de curvas $U(\Delta)$, una para cada longitud de fisura.
- Cada curva $U(\Delta)$ ha sido ajustada por medio de un polinomio de sexto grado (sin término independiente), para facilitar el análisis. La Figura 7 recoge dichas curvas ajustadas.

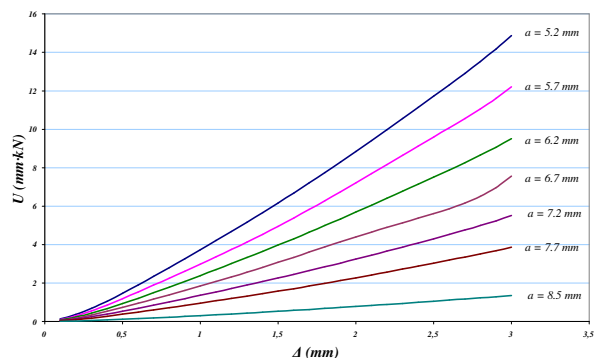


Figura 7: Representación de las curvas $U(\Delta)$ para diferentes valores de longitud de fisura

- A partir de las curvas de la Figura 7 pueden obtenerse, recorriendo la variable de abscisas, Δ , las curvas $U(a)$, que se representan en la Figura 8.
- Operando sobre las curvas de la Figura 8 es posible aplicar la definición (1) para J. Para poder derivar, previamente se han ajustado las curvas, en este caso con una ley tipo (2). De esta forma se obtiene las curvas de la Figura 9.

$$U = C_0 + C_1 \cdot \ln(a) \quad (2)$$

- Finalmente, entrando con los datos procedentes de combinar las curvas experimentales con las curvas iso- a , por ejemplo, Figura 5, es decir, las parejas de valores (a_i , Δ_i), se obtiene el resultado buscado, esto es, las curvas J - Δa , las cuales se representan en la Figura 10.

Como puede apreciarse, pueden distinguirse claramente dos familias de curvas: la pareja de curvas ensayadas en agua y, por otra parte, las cuatro curvas ensayadas al aire. De esta forma, el efecto ambiental queda expresado en términos propios de la Mecánica de Fractura.

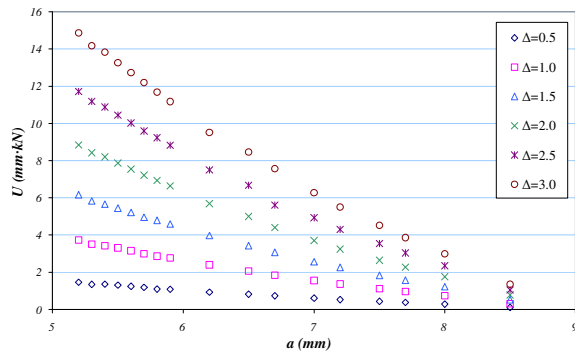


Figura 8: Representación de las curvas $U(a)$ para diferentes valores de desplazamiento, Δ

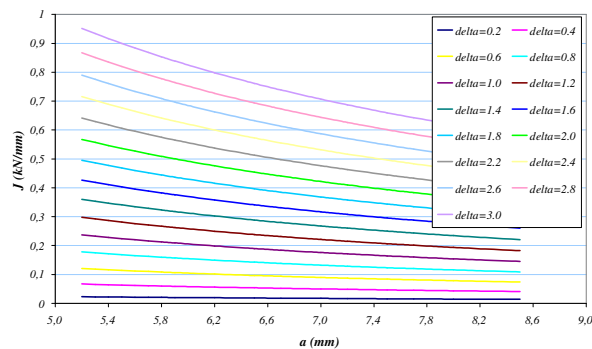


Figura 9: Representación de las curvas $J(a)$ para diferentes valores de desplazamiento, Δ

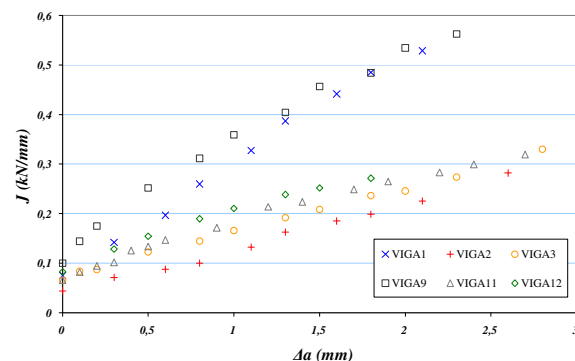


Figura 10: Curvas J - Δa del material para ensayos en aire y agua.

6.- CONCLUSIONES

En este trabajo, de carácter preliminar, se recoge una metodología de análisis que combina técnicas

experimentales y numéricas (Elementos Finitos) que permite interpretar los resultados del ensayo Rising Load Test en términos de Mecánica de Fractura. En este sentido, se han obtenido las curvas J - Δa de una aleación X-750 con tratamiento térmico HTH ensayada en aire y en un ambiente agresivo (agua desaireada a 93°C).

7.- REFERENCIAS

- [1] Ferreño, D., Gorrochategui, I., Sánchez, L., Gutiérrez-Solana, F., "Optimisation of Heat Treatment for Improvement of IGSCC Properties of an X-750 Alloy", Engineering Failure Analysis, Volume 11, Issue 5, October 2004, Pages 799-810.
- [2] Anderson, T.L., "Fracture Mechanics. Fundamentals and Applications", Second Edition, CRC Press, 1995.
- [3] Begley, J.A., Landes, J.D., "The J-Integral as Fracture Criterion", ASTM STP 514, American Society for Testing and Materials, Philadelphia, 1972, pp. 1-20.
- [4] Landes, J.D., Begley, J.A., "The Effect of Specimen Geometry on J_{Ic} ", ASTM STP 514, American Society for Testing and Materials, Philadelphia, 1972, pp. 24-29.
- [5] Abaqus/CAE User's Manual.
- [6] Abaqus/Standard User's Manual. Volumen I, II y III.
- [7] Abaqus/Standard Example Problems Manual.

TENSILE PROPERTIES AND FRACTURE OF AGING HARDENED Mg-1Ca and Mg-1Ca-1Zn ALLOYS

Y. Ortega^{a,b} T. Leguey^a and R. Pareja^a

^aDepartamento de Física, Universidad Carlos III de Madrid, 28911, Leganés, Spain

^bDepartamento de Física de Materiales, Facultad de Ciencias Físicas, Universidad Complutense de Madrid, 28040 Madrid, Spain

ABSTRACT

The tensile properties and fracture characteristics of the peak-aged Mg-1.0wt%Ca and Mg-1.0wt %Ca-1.0wt%Zn alloys have been investigated in the temperature range 295-450 K. In this temperature range the tensile strength of the Mg-1Ca alloy linearly diminishes by 20%. However, the drop in the tensile strength for the Mg-1Ca-1Zn alloy is smaller. The results indicate that the precipitates formed in the Mg-1Ca-1Zn alloy retain their strengthening potential up to ~ 450 K. Microstructural analyses using scanning electron microscopy revealed that the failure mode for both alloys is transgranular combined with intergranular rupture, irrespective of the treatment and test temperature. The fractography analyses showed that the transgranular fracture changed from quasi-cleavage to dimple rupture with increasing temperature.

RESUMEN

El comportamiento mecánico en tracción de las aleaciones Mg-1.0wt%Ca and Mg-1.0wt%Ca-1.0wt%Zn endurecidas mediante tratamientos de envejecimiento, y las características de su fractura, se han investigado en el rango de temperaturas comprendido entre 295-450 K. En este rango de temperaturas la resistencia mecánica de la aleación Mg-1Ca desciende linealmente en un ~ 20%, pero para la aleación Mg-1Ca-1Zn el descenso es significativamente menor. Los resultados indican que los precipitados formados en Mg-1Ca-1Zn retienen su potencial de endurecimiento hasta ~450 K. Los análisis microestructurales realizados mediante microscopía electrónica de barrido han revelado que el modo de fractura de estas aleaciones es transgranular combinado con ruptura intergranular, independiente del tratamiento de las aleaciones y de la temperatura de ensayo. La fractografía muestra que la fractura intergranular cambia de un mecanismo de tipo *quasi-cleavage* a mostrar características de tipo *dimple* cuando la temperatura aumenta.

KEYWORDS: Magnesium alloys, mechanical behaviour, age hardening.

1. INTRODUCTION

In the last years, the use of magnesium alloys as structural materials has rapidly augmented in the fabrication of components where a weight reduction is crucial. However, their structural applications are limited by a poor strength and corrosion resistance at elevated temperatures. An extensive use of these alloys requires improving the strength, and the corrosion and creep resistance at elevated temperatures, i.e. up to 200 °C. Calcium being a low cost element can favorably substitute zirconium and rare-earth metals as alloying elements that improve the high temperature properties of magnesium alloys [1–6]. The strengthening and improvement of the creep resistance in Mg-Ca alloys is attributed to precipitation of the intermetallic compound Mg₂Ca upon aging. Furthermore, it has been reported that the addition of Zn induces noticeable effects on the precipitation reaction and on

the hardness of these alloys [2,5]. This has been attributed to the capability of solute Zn to inhibit the formation of quenched-in vacancies bound to Ca atoms which produces the refinement of the precipitate dispersion in the aged Mg-Ca-Zn alloys [7]. The aim of the present work is to investigate the tensile properties and fracture characteristics of aging hardened Mg-Ca and Mg-Ca-Zn alloys in the temperature range between 295 and 450 K.

2. EXPERIMENTAL

The alloys with nominal composition Mg-1Ca and Mg-1Ca-1Zn (wt %) were produced by induction melting in an argon atmosphere and casting. Miniaturized flat tensile test specimens with 11 mm gauge length, 3 mm width and 0.5 mm thickness were obtained by electric discharge machining from 40 mm × 40 mm × 600 mm

bars cut from the central part of the ingots. After carefully grounding and polishing, the specimens were homogenised by solution treatment for 24 h at 783 K (Mg-1Ca) or 743 K (Mg-1Ca-1Zn) followed by quenching in cold water. These treatments produced a mean grain size of 50 μm and a Vickers microhardness of (450 ± 20) MPa for Mg-1Ca, and 45 μm and (510 ± 20) MPa for Mg-1Ca-1Zn. The aging treatment was done at 473 K for 480 min (Mg-1Ca) and 110 min (Mg-1Ca-1Zn) followed by quenching in water. These treatments correspond to the respective peak-aged conditions for these alloys [2,5]. These aging treatments resulted in a Vickers microhardness of (580 ± 20) MPa for Mg-1Ca and (720 ± 60) MPa for Mg-1Ca-1Zn. The above microhardness values are the mean value obtained from 15 indentations made on a well-polished surface using an applied load of 100 g for 30 min.

Tensile tests were performed up to fracture at a constant crosshead speed of 0.1 mm/min in a Shimadzu AG-I universal testing machine equipped with a furnace and an extensometer for high temperature measurements. The tests were done at 295, 375, 423 and 448 K in a flowing argon atmosphere. The specimens were examined by scanning electron microscopy (SEM) and energy dispersive X-ray microanalysis (EDX) in order to measure their grain size and analyze the fracture mode. The mean lineal intercept method on etched surface was used to determine the grain size of the samples.

3. RESULTS AND DISCUSSION

Figure 1 shows the age hardening, and the temperature effect on the tensile properties of the aged alloys. Fracture practically occurs at maximum load and uniform deformation in the aged specimens tested above 295 K. However, when the solution-treated specimens and the aged specimens are tested at 295 K, fracture occurs before attaining the maximum load point in the engineering stress-strain curve. Moreover, for the present tests, a proportional limit in the stress-strain curves can not be accurately determined because of the non-linear elastic behavior of these alloys. Hence, the yield strength has been defined as the flow stress at an applied strain of 0.5 % to assure that plastic flow had taken place.

The values for the estimated yield strength and for the tensile strength, along with the fracture strain, are given in Figure 2 as a function of testing temperature. In this figure, the true fracture stress is plotted as tensile strength for the specimens that fracture before showing the ultimate tensile stress. It should be mentioned that the strengths measured in Mg-1Ca-1Zn are lower than those previously reported [5]. The discrepancies are attributed to use small tensile

specimens and a strain rate that is one order of magnitude lower than the one used in Reference [5].

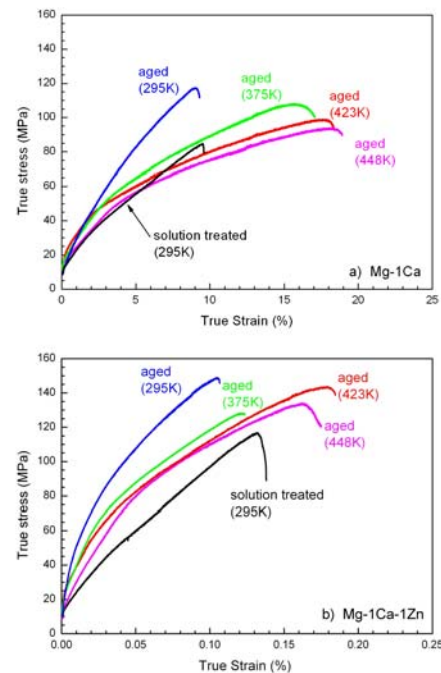


Figure 1. Aging and temperature effect on stress-strain curves for a) Mg-1Ca and b) Mg-1Ca-1Zn. The specimens were tested at a strain rate of $2 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ in flowing argon. Temperature values shown in figure correspond to testing temperature.

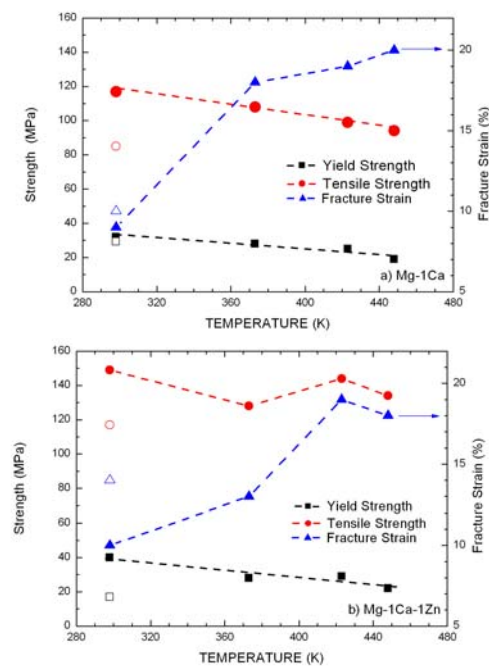


Figure 2. Tensile properties against temperature for a) aged Mg-1Ca and b) aged Mg-1Ca-1Zn tested at of $2 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$. The open symbols correspond to specimens tested in solution-treated conditions.

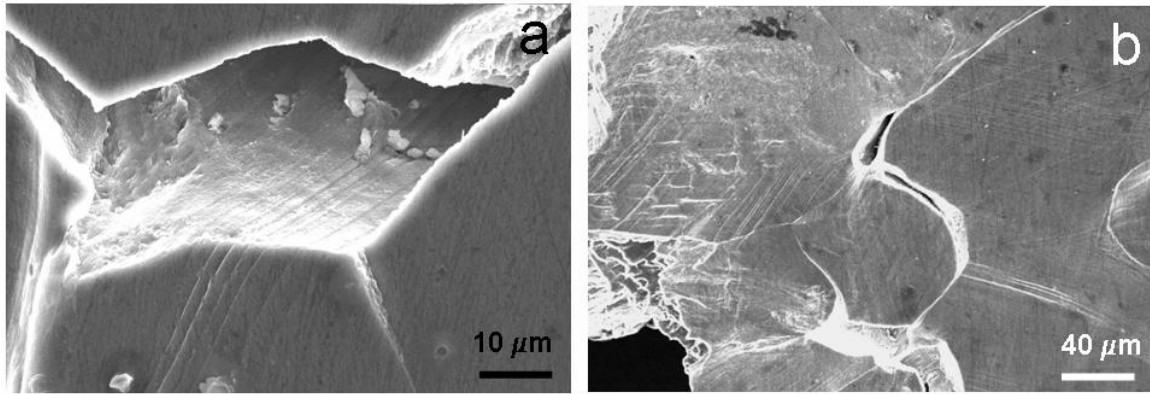


Figure 3. Grain-boundary cracks for (a) aged Mg-1Ca and (b) aged Mg-1Ca-1Zn, tested at 423 K.

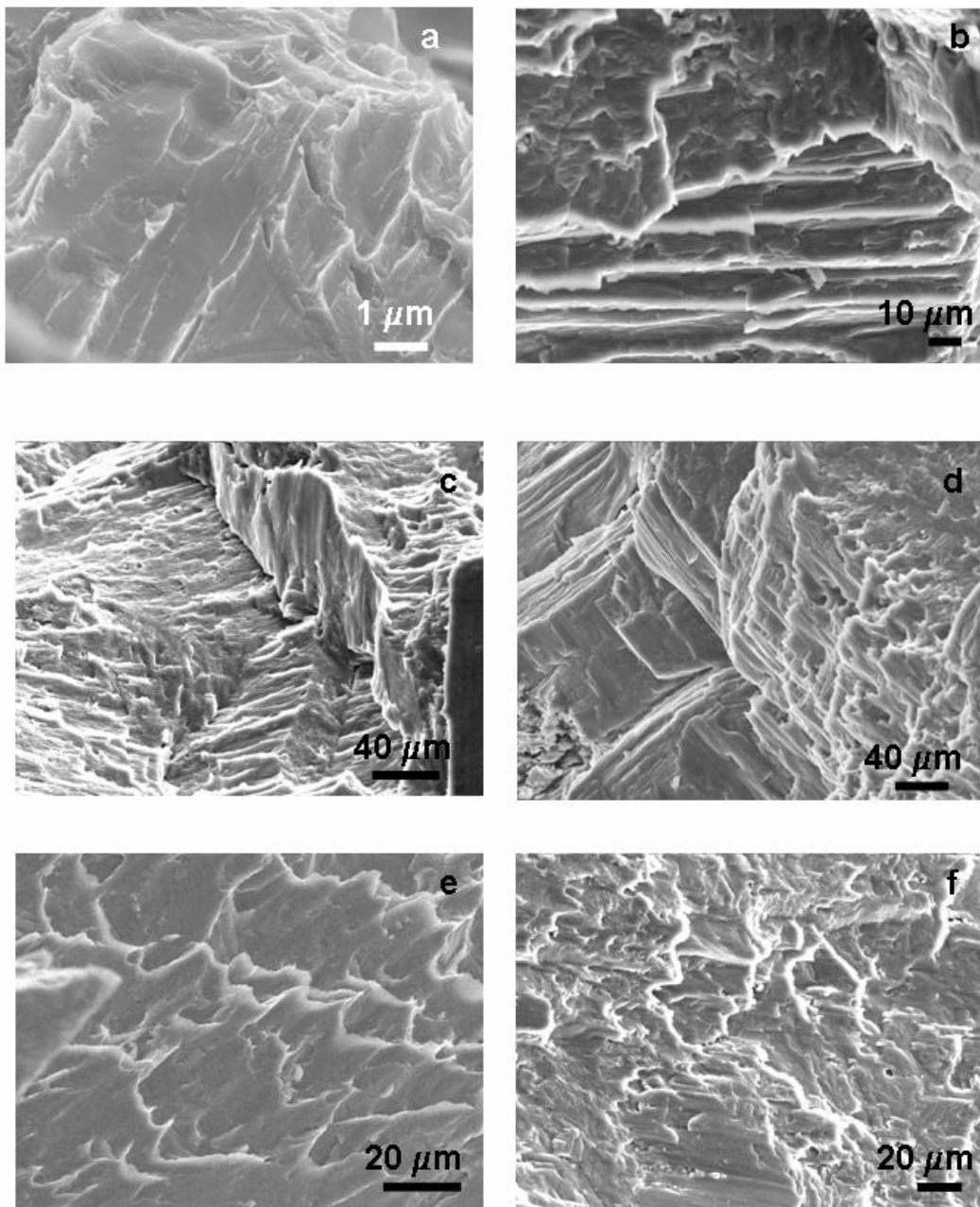


Figure 4. Fracture characteristics for: (a) and (b) solution-treated specimens tested at 295 K; (b) and (d) aged specimens tested at 295 K; e) aged Mg-1Ca tested at 448 K; f) aged Mg-1Ca-1Zn tested at 423 K.

It is found that the yield strength and the tensile strength of the Mg-1Ca alloy decrease linearly increasing temperature. For the Mg-1Ca-1Zn alloy, the yield strength exhibits the same behavior but the tensile strength does not show well defined temperature dependence. The tensile strength between 295 K and 450 K linearly drops from 117 MPa to 94 MPa, i.e. 20 %, in the Mg-1Ca alloy, but in Mg-1Ca-1Zn the drop is only of 10 %. These results indicate that the precipitates formed in the Mg-1Ca-1Zn alloy have a higher capability to retain the strengthening potential that those formed in Mg-1Ca. This is attributed to the fact that the precipitates formed in Mg-1Ca-1Zn upon aging contain Zn atoms. The formation of $\text{Mg}_2\text{Ca}(\text{Zn})$ precipitates in aged Mg-Ca-Zn alloys have been reported [8,9]. These precipitates are more stable than the Mg_2Ca precipitates formed in the Mg-Ca alloys [7,10].

Figures 3 and 4 show the fracture characteristics of these alloys. For both alloys, the fracture appears to be transgranular combined with grain pull out/intergranular rupture irrespective of the treatment and test temperature. The slip band patterns observed at the grain boundaries, see Fig.3a, suggest that the stress concentration, arisen from the blockage of the slip bands at the grain boundaries, produces numerous grain-boundary cracks producing the intergranular rupture eventually. This can be favored by the presence of large precipitate particles at the grain boundaries as Figure 3a shows. EDS analyses of these particles, in the case of Mg-1Ca-1Zn, reveals a high content in Zn, which is consistent with previous reports [8,9].

The transgranular fractures in the specimens tested at 295 and 373 K exhibited characteristics of cleavage and plastic flow concurrently as Figures 4a-d show for solution-treated and aged specimens tested at 295 K. Fracture patterns exhibiting cleavage facets and tear ridges similar to those termed quasi-cleavage were found for solution-treated Mg-1Ca tested at 295 K, see Figure 4a. In solution-treated and aged Mg-1Ca-1Zn, as well as aged Mg-1Ca, tested at 295 K the images revealed tear ridges produced by the dimple rupture of intermingled cleavage facets. The cleavage steps became tear ridges and the elongate grooves observed between cleavage facets, like those show in Figure 4b, disappeared increasing test temperature. At temperatures ≥ 423 K the transgranular dimple rupture is evident for both alloys, see Figures 4e-f.

4. CONCLUSIONS

The investigated alloys, tested in solution-treated or aged conditions, exhibited transgranular fracture with an important intergranular contribution originated by slip band blockage at the grain boundaries. The transgranular fracture, which exhibited cleavage facets and ridges at temperatures at 295 K, gradually turned into dimple rupture increasing temperature. The tensile

strength of the Mg-1Ca-1Zn alloy remains within an acceptable margin of variation in the temperature range 290 – 450 K.

ACKNOWLEDGEMENTS

The authors are indebted to Dr. Nie for providing the Mg alloys. The financial support from the Comunidad de Madrid, through the program ESTRUMAT-CM (MAT/77), is gratefully acknowledged.

REFERENCES

- [1] R. Ninomiya, T. Ojio and K. Kubota, *Improved heat resistance of Mg-Al alloys by the Ca addition*, Acta Metall. Mater. 43 (1995) 669-674.
- [2] J. F. Nie and B. C. Muddle, *Precipitation hardening of Mg-Ca(-Zn) alloys*, Scripta Mater. 37 (1997) 1475-1481.
- [3] B. S. You, W. W. Park and I. S. Chung, *The effect of calcium additions on the oxidation behaviour in magnesium alloys*, Scripta Mater. 42 (2000) 1089-1090.
- [4] T. V. Larionova, W. Park and B. S. You, *A ternary phase observed in rapidly solidified Mg-Ca-Zn alloys*, Scripta Mater. 45 (2001) 7-12.
- [5] X. Gao, S. M. Zhu, B. C. Muddle and J. F. Nie, *Precipitation-hardened Mg-Ca-Zn alloys with superior creep resistance*, Scripta Mater. 53 (2005) 1321-1326.
- [6] H. Somekawa and T. Mukai, *High strength and fracture toughness balance on the extruded Mg-Ca-Zn alloy*, Mater. Sci. Eng. A 459 (2007) 366-370.
- [7] Y. Ortega, M. A. Monge and R. Pareja, *The precipitation process in Mg-Ca(-Zn) alloys investigated by positron annihilation spectroscopy*, J. Alloys Compd. (2007), doi: 10.1016/j.jallcom.2007.09.044.
- [8] J. C. Oh, T. Ohkubo, T. Mukai and K. Hono, *TEM and 3DAP characterization of an age-hardened Mg-Ca-Zn alloy*, Scripta Mater. 53 (2005) 675-679.
- [9] G. Levi, S. Avraham, A. Zilverov and M. Bamberger, *Solidification, solution treatment and age hardening of a Mg1.6wt% Ca-3.2wt% Zn alloy*, Acta Mater. 54, (2006) 523-530.
- [10] P. Vostry, I. Stulikova, B. Smola, W. Riehemann and B. L. Mordike, *Structure and stability of microcrystalline Mg-Ca alloy*, Mater. Sci. Eng. A 137 (1991) 87-92.

DIFERENCIAS ENCONTRADAS ENTRE LOS COMPORTAMIENTOS A FRACTURA DE PROBETAS FISURADAS Y PROBETAS ENTALLADAS Y SU EFECTO EN LAS EVALUACIONES DE INTEGRIDAD ESTRUCTURAL

Cicero, S.^{1,2*}, Gutiérrez-Solana, F.¹, Horn, A.J³

¹ Departamento de Ciencia e Ingeniería del Terreno y los Materiales, Universidad de Cantabria, Santander, Spain.

² INESCO Ingenieros S.L., Santander, Spain

³ CORUS Ltd., Rotherham, UK.

RESUMEN

En este artículo se analizan las diferencias experimentales encontradas entre el comportamiento a fractura de probetas fisuradas y el correspondiente a probetas entalladas. Estas diferencias se definen en términos de deformaciones locales y globales, tensiones y valores de CTOD durante los ensayos, así como a través de las correlaciones establecidas entre dichas variables. El programa experimental ha utilizado un acero estructural S355JR y ha cubierto un amplio rango de temperaturas (desde -100°C a -20°C), proporcionando una clara visión del efecto de entalla en las diferentes regiones del comportamiento a fractura del material, desde el Upper Shelf o zona de comportamiento dúctil hasta el Lower Shelf asociado al comportamiento frágil. Además, se analizan los efectos correspondientes en las evaluaciones de integridad estructural realizadas a través de Diagramas de Fallo (FADs). Los resultados obtenidos muestran un claro efecto de entalla, tanto en los valores registrados de las variables mencionadas como en los resultados de la evaluación FAD, para temperaturas por debajo de la Temperatura de Transición del material ($T < T_0$), siendo dicho efecto mucho más moderado o despreciable para temperaturas superiores ($T > T_0$).

ABSTRACT

This paper analyses the experimental differences found between the behaviour of cracked and notched specimens. These differences are defined in terms of local strains, global strains, stresses and CTOD values during testing, and also through the correlations established between these variables. The experimental programme has been performed with structural steel S355JR and at very distinct temperatures (from -100°C to -20°C), providing an outline of the notch effect in the different regions of the material fracture behaviour. Also, the corresponding effects on structural integrity assessments (through Failure Assessment Diagrams) are analysed. From the results obtained, a clear notch effect in all the mentioned parameters and in the assessment itself has been defined for temperatures below the Transition Temperature ($T < T_0$) of the material, being this effect less pronounced or negligible for higher temperatures ($T > T_0$).

ÁREAS TEMÁTICAS PROPUESTAS: Fractura de Materiales Metálicos

PALABRAS CLAVE: Fisura, entalla, evaluación de integridad estructural, tenacidad, diagrama de fallo

1. INTRODUCCIÓN

Las fisuras y las entallas presentan campos de tensiones y deformaciones diferentes [1-8]. En concreto, la presencia de un determinado radio en el fondo del defecto (entalla) genera una relajación tensional que es tanto mayor cuanto mayor sea dicho radio. La Figura 1 muestra un esquema de la distribución de tensiones en las proximidades del fondo de entalla, distinguiéndose tres regiones [3,4]:

- Región I, con tensiones aproximadamente constantes
- Región II, o zona de transición
- Región III, en la cual las tensiones siguen la expresión:

$$\sigma_{yy} = \frac{K_p}{(2\pi r)^\alpha} \quad (1)$$

en donde K_p es el factor de intensidad de tensiones de entalla y α es una constante del material para un determinado radio de entalla. En [1], se determina que la distribución tensional en el frente de entalla es igual a la correspondiente al frente de fisura pero con un desplazamiento a lo largo del eje x (eje en el sentido del defecto) igual a $p/2$, lo cual refleja claramente la relajación tensional mencionada.

Este hecho hace que la evaluación de componentes entallados bajo la hipótesis de que las entallas se comportan como fisuras resulte, en muchas ocasiones, excesivamente conservadora. En [7,8], se presenta una metodología para la evaluación de entallas haciendo uso de los Diagramas de Fallo (FADs) y, además, se señalan las diferencias encontradas entre las tensiones

críticas o de rotura alcanzadas por componentes fisurados y las correspondientes a componentes entallados.

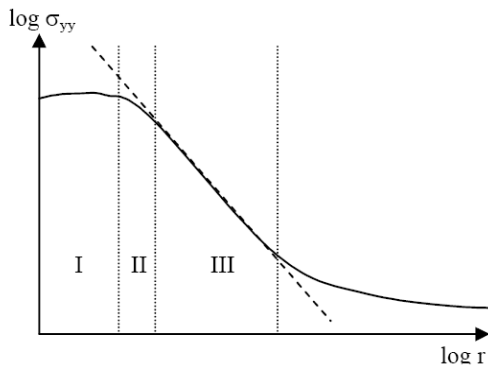


Fig. 1. Representación bilogarítmica de la distribución tensión en el fondo de entalla.

En este trabajo se analizan en mayor profundidad las diferencias entre el comportamiento de fisuras y entallas, en términos de deformaciones locales y globales, tensiones y valores de CTOD durante el proceso de carga, así como a través de las correlaciones establecidas entre dichas variables. Este análisis se antoja necesario para un mayor entendimiento de las causas que determinan el diferente comportamiento resistente de componentes fisurados y entallados.

2. PROGRAMA EXPERIMENTAL

Con el objetivo de comparar el comportamiento de componentes fisurados y entallados se realizó un programa experimental que incluía el ensayo de 14 probetas [7,8]. Estos ensayos se desarrollaron a diferentes temperaturas, desde -20 °C hasta -100°C, con el objeto de determinar el efecto de dicha variable (directamente relacionada con el comportamiento a fractura del material) en el efecto entalla. El espesor de las probetas también es variable, dado que también la resistencia a fractura se veía notablemente afectada por esta variable. Finalmente, los defectos en las probetas tenían tres posibles radios de entalla: $\rho \approx 0$ mm, correspondientes a fisuras obtenidas tras procesos de fisuración, $\rho=1.2$ mm y $\rho=2.0$ mm. La Tabla 1 recoge el resumen del programa experimental.

2.1. Material y probetas utilizadas

El material utilizado ha sido un acero S355JR [9] cuya microestructura (ferrítico-perlítica) y composición químicas se muestran en la Figura 2 y la Tabla 2 respectivamente. Las propiedades mecánicas se recogen en la Tabla 3 y los valores de tenacidad a fractura [10], obtenidos en [7,8], se presentan en la Tabla 4 en términos de la Temperatura de Transición (T_0) de la Curva Maestra o Patrón [11] obtenida para los distintos espesores del material.

Tabla 1. Programa experimental. Geometría e identificación de las probetas ensayadas.

ESPESOR	TIPO DEFECTO	TEMPERATURA DE ENSAYO		
			-65 °C	
15.4 mm	FISURA		Y1A13A1	
	ENTALLA $\rho=1.2$ mm		Y1A13A2	
	ENTALLA $\rho=2.0$ mm		Y1A13A3	
		-100 °C	-85 °C	-20 °C
21.3 mm	FISURA	Y1A19A1	Y1A19A2	Y1A19A3
	ENTALLA $\rho=1.2$ mm	Y1A19A4	Y1A19A5	
	ENTALLA $\rho=2.0$ mm	Y1A19A6	Y1A19A7	Y1A19A8
		-80 °C		
25.4 mm	FISURA	X4M4A1		
	ENTALLA $\rho=1.2$ mm	X4M4A2		
	ENTALLA $\rho=2.0$ mm	X4M4A3		

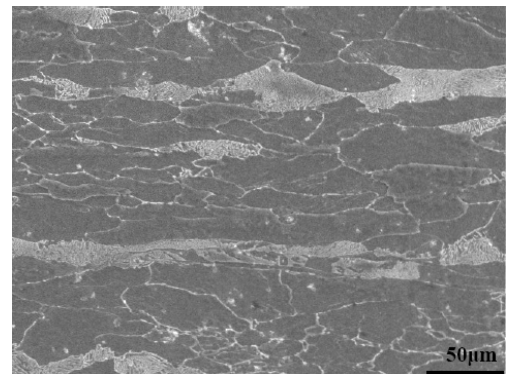


Fig. 2. Microestructura ferrítico-perlítica del acero utilizado en el programa experimental.

Tabla 2. Composición química del acero SR355JR utilizado

	C	Mn	Si	P	S	Nb	V
%	0.107	1.419	0.237	0.017	0.015	0.030	0.010
	N	Ni	Cr	Cu	Al	Mo	CEV
%	0.005	0.021	0.025	0.033	0.039	0.002	0.355

Tabla 3. Propiedades mecánicas a diferentes temperaturas.

TEMPERATURA (°C)	E (GPa)	σ_y (MPa)	σ_{ti} (MPa)	n
+20	207.0	360.0	622.0	0.126
-20	208.1	390.8	612.0	0.108
-40	209.2	403.0	607.0	0.101
-65	210.5	438.4	652.6	0.098
-80	211.3	455.7	680.0	0.098
-85	211.6	466.8	680.5	0.094
-100	212.4	495.0	682.0	0.082

Tabla 4. Temperatura de Referencia del material para la definición de la Curva Patrón

ESPESOR (mm)	T_0 (°C)
15.4	-84
21.3	-89
25.4	-21



Fig. 3. Aspecto de tres de las probetas utilizadas en el programa experimental.

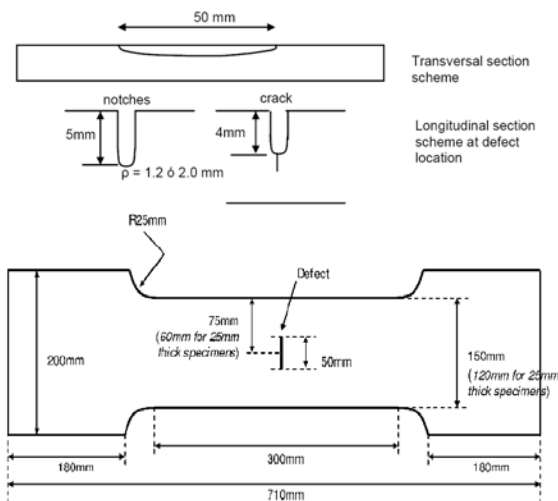


Fig. 4. Geometría de las probetas utilizadas en el programa experimental.

2.2. Resultados

La Figura 5 muestra el esquema de una probeta y de su correspondiente instrumentación experimental.

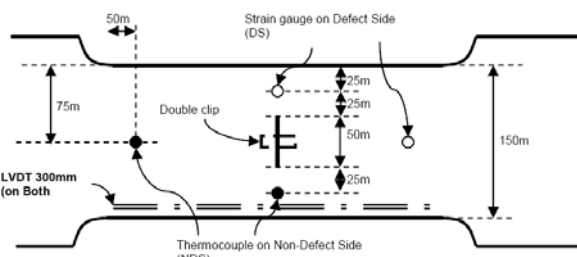


Fig. 5. Esquema de la instrumentación utilizada en los ensayos.

Los termopares registraron la temperatura de ensayo en distintos puntos de las probetas, los LVDT midieron los desplazamientos globales, las deformaciones locales se midieron a través de galgas extensométricas (situadas tanto en las proximidades del defecto como alejadas del mismo) y de un doble extensómetro (al objeto de determinar la evolución del CTOD), y la evolución de

la carga aplicada fue registrada directamente por la máquina de ensayo.

Las Figuras 6 y 7 presentan los resultados de dos de los ensayos, correspondientes a los dos extremos de comportamiento observados. La primera de ellas se corresponde a una probeta fisurada ($p \approx 0$ mm, espesor 21.3 mm) ensayada a bajas temperaturas (-85°C , en la Zona de Transición y en torno a T_0 , tal y como se explica más adelante) y con un comportamiento fundamentalmente frágil; la segunda se corresponde con una probeta entallada ($p=2.0$ mm, espesor 25.4 mm) ensayada a temperaturas inferiores a T_0 (-80°C , correspondiente al Lower Shelf tal y como se verá mas adelante) y con un fallo por colapso plástico. Es importante advertir que los termopares situados junto al defecto reflejan una temperatura sensiblemente similar a la teórica (por lo que la zona de proceso se encuentra a dicha temperatura), a pesar de que los termopares situados en zonas alejadas del defecto reflejan medias de temperatura con notables desviaciones con respecto a las teóricas. Las Figuras 8 y 9 muestran las correspondientes correlaciones entre variables de ensayo.

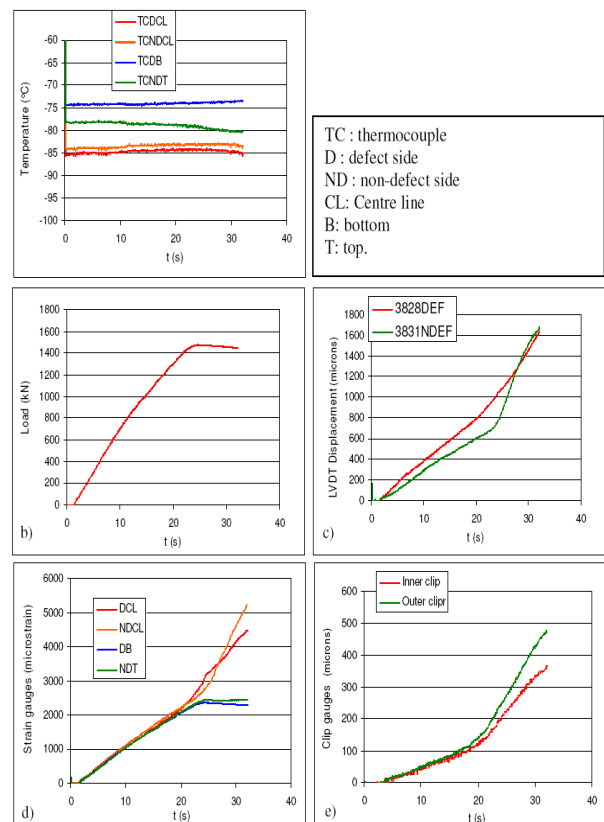


Fig. 6. Evolución de los distintos parámetros registrados durante el ensayo de la probeta entallada YIA19A2. a) Temperatura; b) Carga aplicada; c) Desplazamiento LVDT; d) Registro de galgas extensométricas; e) COD.

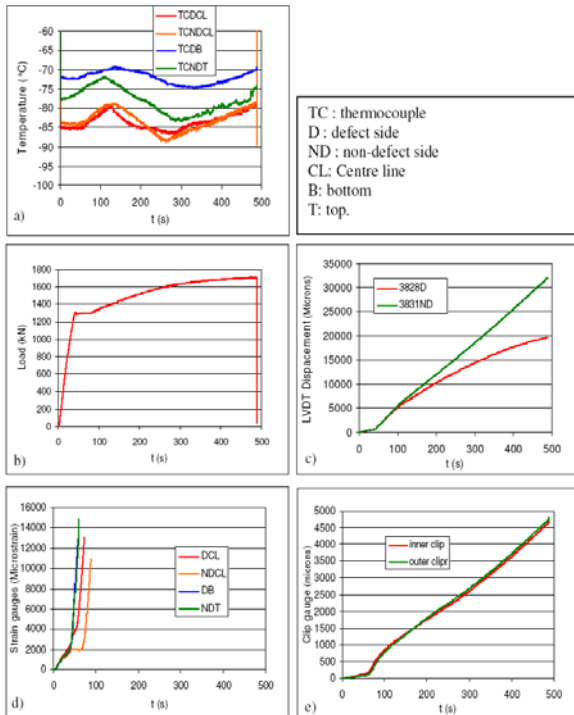


Fig. 7. Evolución de los distintos parámetros registrados durante el ensayo de la probeta fisurada X4M4A3. a) Temperatura; b) Carga aplicada; c) Desplazamiento LVDT; d) Registro de galgas extensométricas; e) COD.

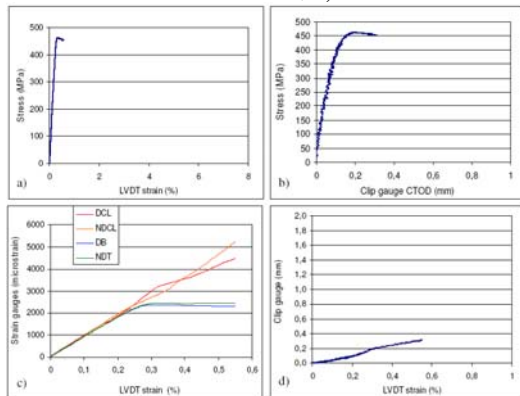


Fig. 8. Correlaciones obtenidas. Probeta Y1A19A2. a) tensión-LVDT; b) tensión -CTOD; c) galgas-LVDT; d) CTOD-LVDT.

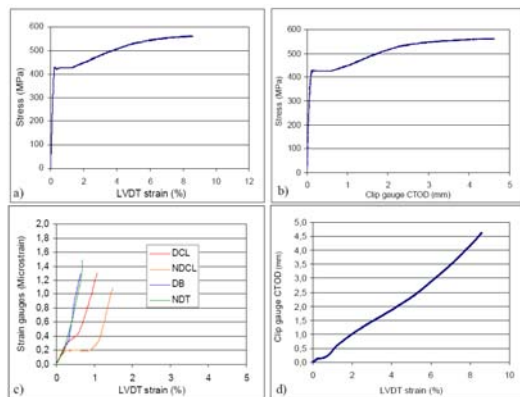


Fig. 9. Correlaciones obtenidas. Probeta X4M4A3 a) tensión-LVDT; b) tensión -CTOD; c) galgas-LVDT; d) CTOD-LVDT.

La Tabla 5 resume los resultados de los ensayos. Las probetas se han agrupado en función de la relación entre su temperatura de ensayo y la correspondiente temperatura de transición, T_0 (Tabla 4), con el objeto de interpretar adecuadamente los resultados experimentales y la influencia de la temperatura en el efecto entalla. Esta agrupación ha dado lugar a cinco categorías diferentes: US (Upper Shelf), TZ (Transition Zone) por encima, alrededor y por debajo de T_0 , y LS (Lower Shelf).

Tabla 5. Principales resultados de los ensayos.

Condiciones	Probeta	Tension de Rotura (MPa)	Deformación en rotura (%)	CTOD _c (mm)
-20 °C (US) 21.3 mm	Y1A19A3 ($\rho=0$ mm)	510.2	8.36	5.3
	Y1A19A8 ($\rho=2.0$ mm)	511.7	11.03	5.7
-65 °C (TZ, $T > T_0$) 15.4 mm	Y1A13A1 ($\rho=0$ mm)	514.4	6.02	3.3
	Y1A13A2 ($\rho=1.2$ mm)	526.2	7.03	3.3
	Y1A13A3 ($\rho=2.0$ mm)	530.3	7.94	3.0
-85 °C (TZ, $T = T_0$) 21.3 mm	Y1A19A2 ($\rho=0$ mm)	462.9	0.55	0.30
	Y1A19A5 ($\rho=1.2$ mm)	547.8	7.50	2.7
	Y1A19A7 ($\rho=2.0$ mm)	561.7	11.00	-
-100 °C (TZ, $T < T_0$) 21.3 mm	Y1A19A1 ($\rho=0$ mm)	470.4	1.40	0.26
	Y1A19A4 ($\rho=1.2$ mm)	550.2	2.89	-
	Y1A19A6 ($\rho=2.0$ mm)	Fallo alejado del defecto		> 4.2
-80 °C (LS) 25.4 mm	X4M4A1 ($\rho=0$ mm)	430.9	0.43	0.17
	X4M4A2 ($\rho=1.2$ mm)	544.1	7.03	2.7
	X4M4A3 ($\rho=2.0$ mm)	556.4	8.60	4.6

Finalmente las Figuras 10 y 11 muestran, respectivamente, todas las curvas tensión- deformación LVDT y tensión-CTOD. Estas figuras son la herramienta utilizada para determinar el mecanismo de fallo de cada ensayo (dúctil, frágil o combinación de ambos), dado que por razones de confidencialidad no ha sido posible presentar las secciones de rotura.

3. ANÁLISIS DEL EFECTO ENTALLA Y COMPARACIÓN DE LOS DIFERENTES TIPOS DE COMPORTAMIENTO

Los resultados mostrados en el apartado anterior permiten realizar una serie de observaciones. La primera es que, para una temperatura dada, tanto la deformación bajo carga máxima como la tensión crítica (máxima) crecen cuando lo hace el radio de entalla. Además, cuanto menor es la temperatura de ensayo en comparación con T_0 , más acusados son dichos incrementos. De este modo, mientras que la variación de la tensión crítica puede considerarse que está dentro de la dispersión experimental en ensayos realizados en el Upper Shelf, la variación de esta variable en el Lower Shelf está en torno al 30%. Con respecto a la deformación bajo carga máxima, las variaciones significativas ocurren a temperaturas inferiores a T_0 , en donde el comportamiento de los componentes cambia: rotura frágil con fallo en régimen elástico para componente fisurados (ϵ_{max} en torno al 0.5-1.5%), y comportamiento dúctil con rotura tras un proceso de plastificación con escalón de cedencia y zona de endurecimiento en el caso de probetas entalladas (ϵ_{max} entre el 7% y el 11%, dependiendo de la temperatura y del radio de entalla). También puede observarse cómo los registros de las probetas fisuradas y los de las probetas entalladas siguen caminos muy similares tanto en las curvas tensión-deformación en LVDT como en las curvas tensión-CTOD. La diferencia entre las curvas de unas y otras es el punto crítico correspondiente al fallo, el cual alcanza tensiones y deformaciones bajo carga máxima inferiores para el caso de probetas fisuradas. De nuevo, las variaciones del punto de rotura o crítico son mucho mayores para temperaturas inferiores a T_0 .

La Figura 12 muestra la evolución de la tensión crítica con el radio de entalla en los diferentes estados del material. Tal y como se ha comentado, se observa un efecto muy moderado a temperaturas superiores a T_0 , mientras que para situaciones más frágiles el efecto va siendo progresivamente mayor.

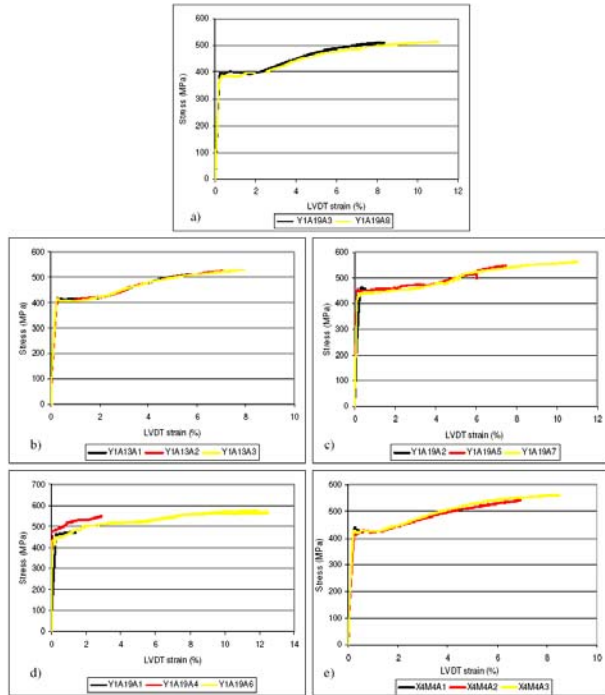


Fig. 10. Curvas tensión-deformación LVDT para las distintas familias de probetas. a) Ensayos en el Upper Shelf; b) Zona de Transición ($T > T_0$); c) Zona de Transición ($T \approx T_0$); d) Zona de Transición ($T < T_0$); e) Lower Shelf.

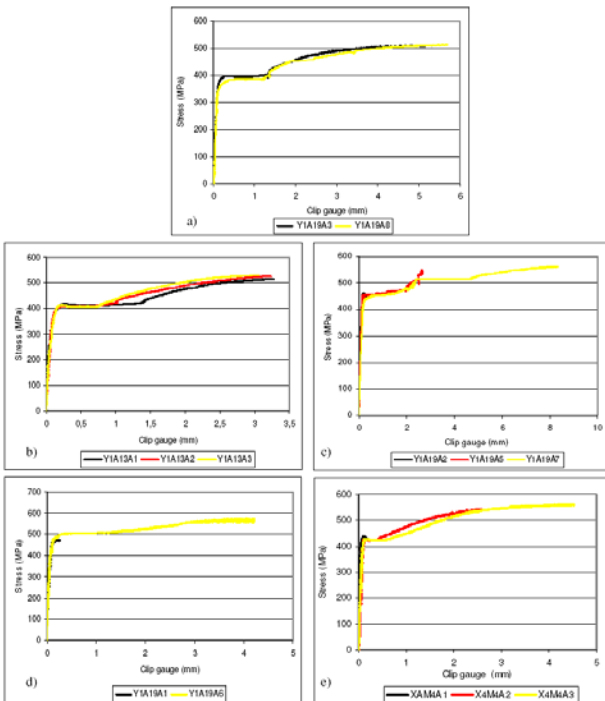


Fig. 11. Curvas tensión-CTOD para las distintas familias de probetas. a) Ensayos en el Upper Shelf; b) Zona de Transición ($T > T_0$); c) Zona de Transición ($T \approx T_0$); d) Zona de Transición ($T < T_0$); e) Ensayos en el Lower Shelf.

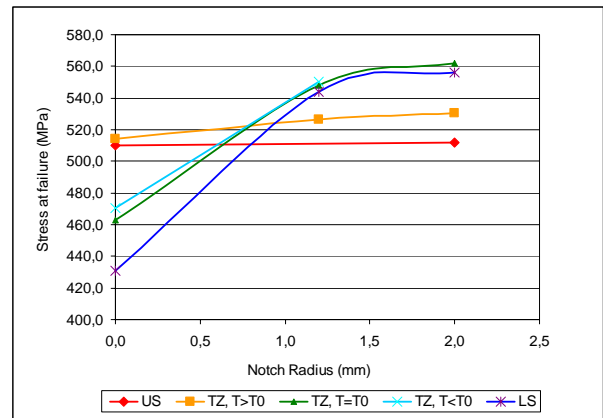


Fig. 12. Evolución de la tensión de rotura en función del radio de entalla y del estado del material.

La Figura 13 recoge las variaciones producidas en la deformación bajo carga máxima en función del radio de entalla y del estado del material. En todos los casos se observa un aumento de la deformación global bajo carga máxima con el radio de entalla. Generalmente, cuanto más frágil es el comportamiento de la correspondiente probeta fisurada, más pronunciado es dicho efecto.

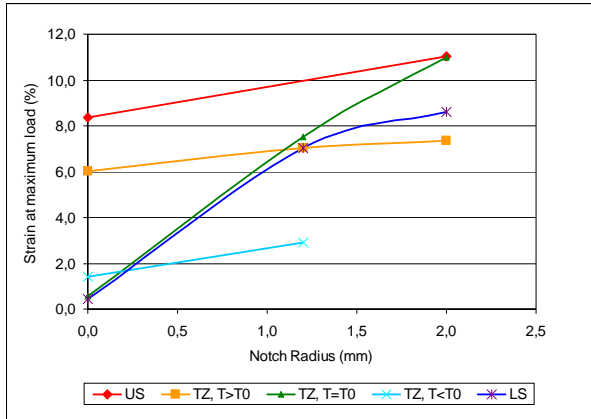


Fig. 13. Evolución de la deformación bajo carga máxima en función del radio de entalla y del estado del material.

Otra observación es que para un determinado estado del material (en relación a T_0), cuando aumenta el radio de entalla el comportamiento del material se vuelve menos frágil. Esto hace que para temperaturas a las cuales las probetas fisuradas se encuentran en el *Lower Shelf* del material, las probetas entalladas se encuentran en otros estados del material (Zona de Transición o incluso *Upper Shelf*). Este efecto se muestra en la Figura 10e, en donde se comparan las curvas tensión-deformación (LVDT) de tres probetas de igual espesor, estando una de ellas fisurada y las otras dos entalladas. Estas probetas están ensayadas a temperaturas teóricamente pertenecientes al *Lower Shelf* del material. Sin embargo, mientras que la probeta fisurada tiene el comportamiento frágil esperado, las probetas entalladas tienen un claro comportamiento dúctil, siendo éste tanto más pronunciado cuanto mayor es el radio de entalla. Este efecto entalla tiene también implicaciones en los valores de los parámetros de fractura alcanzados en los ensayos, lo cual constituye una nueva observación. Tal y como muestra la Figura 14, el valor crítico del CTOD ($CTOD_c$) es aproximadamente constante para temperaturas superiores a T_0 . Sin embargo hay un claro efecto entalla para temperaturas inferiores a T_0 , produciéndose un sensible incremento del $CTOD_c$ cuando aumenta el radio de entalla, con los valores bajos asociados a mecanismos frágiles en el caso de probetas fisuradas ($CTOD_c$ entre 0.15 y 0.30 mm) y valores de entre 2.5 y 6 mm (correspondientes a mecanismos dúctiles) en el caso de probetas entalladas.

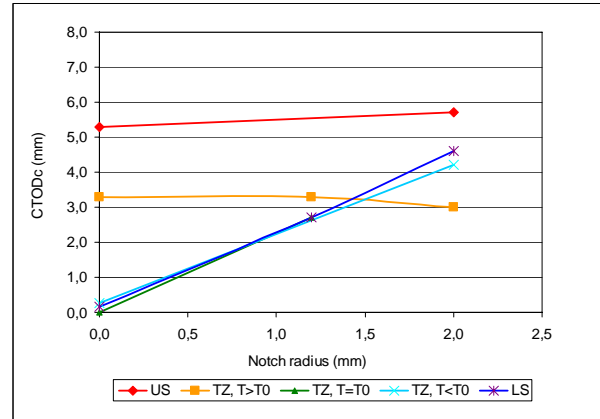


Fig. 14. Evolución del CTOD crítico en función del radio de entalla y del estado del material.

Se realizaron ensayos adicionales de resistencia a fractura en probetas entalladas, estando recogidos los resultados en la Figura 15. Se puede apreciar un clarísimo efecto entalla en la resistencia a fractura, tanto en el *Upper Shelf* (con un incremento de la resistencia a fractura correspondiente) como en la Zona de Transición (que se desplaza hacia temperaturas menores).

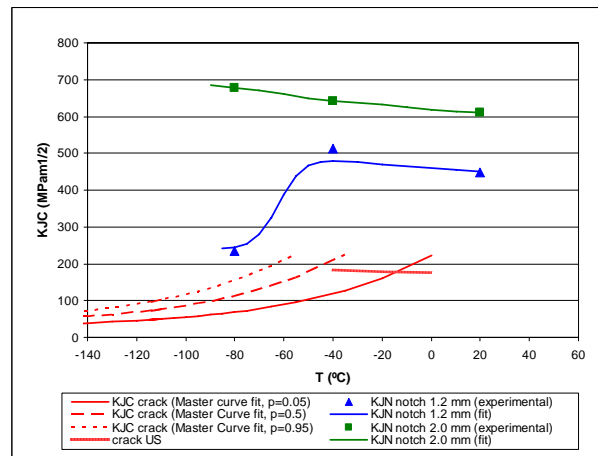


Fig. 15. Curvas de resistencia a fractura para probetas fisuradas y entalladas (1.2 mm and 2.0 mm), en las cuales se observa un claro efecto entalla que produce un desplazamiento de la Zona de Transición hacia temperaturas menores y un aumento de los valores de tenacidad en el *Upper Shelf*.

La siguiente observación se refiere a la evolución de los registros proporcionados por las galgas extensométricas. Consiste en el diferente comportamiento en deformaciones observado en las probetas con fallo dúctil (todas las entalladas y las fisuradas que fueron ensayadas a temperaturas por encima de T_0) con respecto al observado en las probetas con fallo frágil (probetas fisuradas ensayadas por debajo de T_0). De acuerdo con las observaciones realizadas, las probetas con comportamiento similar (sea frágil o dúctil) tienen una evolución similar de las tensiones locales independientemente de si están

fisuradas o están entalladas. Por lo tanto, se puede afirmar que las probetas entalladas tienen un comportamiento diferente al de las probetas fisuradas ensayadas a la misma temperatura, pero se comportan de manera muy similar a las probetas fisuradas ensayadas a temperaturas mayores, algo que puede justificarse por el correspondiente aumento de la tenacidad a fractura aparente (Figura 15). La Figura 16 muestra este fenómeno recogiendo las medidas de las dos galgas situadas en la cara del defecto (junto al mismo y alejadas de él) de una probeta fisurada con comportamiento dúctil (probeta Y1A19A3), los registros de una probeta fisurada con comportamiento frágil (probeta Y1A19A2) y los registros de una de sus probetas entalladas análogas (probeta Y1A19A5, $\rho=2.0$ mm, comportamiento dúctil).

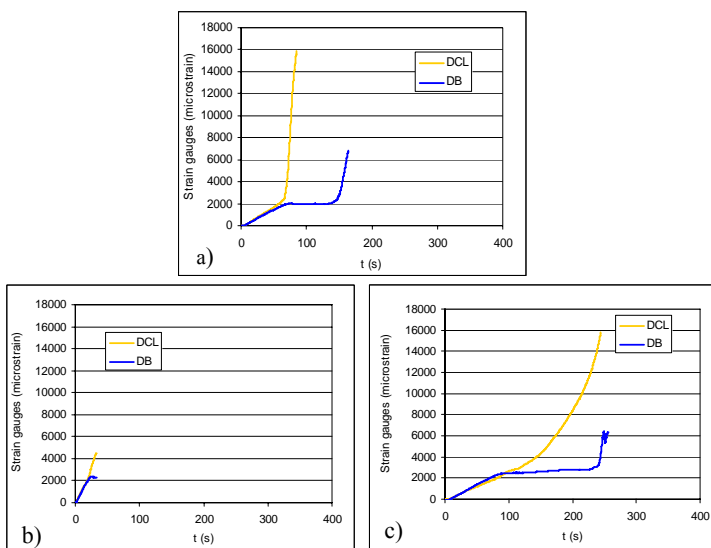


Fig. 16. Evolución de las deformaciones locales (medidas en galgas) en la cara del defecto. a) probeta fisurada Y1A19A3 (comportamiento dúctil); b) probeta fisurada Y1A19A2 (comportamiento frágil); c) probeta entallada Y1A19A5 (comportamiento dúctil) ensayada en las mismas condiciones que la Y1A19A2.

En las probetas con comportamiento dúctil (fisuradas o entalladas) hay una clara respuesta inicial elástico-lineal en ambas galgas (I). Le sigue un aumento súbito (en el caso de la fisura) o progresivo (caso entallado) de las deformaciones locales en torno al defecto (II), (galga DCL, según Figura 6), y una estabilización de las deformaciones en zonas alejadas del mismo (galga DB). Finalmente, se registran elevadas deformaciones en las galgas situadas en zonas alejadas del defecto (III), lo cual supone que en dicha fase hay elevadas deformaciones en la totalidad del material de la probeta. Sin embargo, las probetas fisuradas con comportamiento frágil (como la Y1A19A2) siguen un proceso claramente diferenciado: tras la respuesta elástico-lineal inicial las deformaciones en zonas alejadas del defecto dejan de crecer (de igual manera que en las probetas con fallos dúctiles), pero cuando las deformaciones locales en el entorno del defecto

comienzan su crecimiento súbito alcanzan rápidamente el valor crítico que conduce a la rotura. De esta manera no hay grandes deformaciones en el resto de la probeta (que en su mayor parte solamente ha tenido respuesta elástica) y las deformaciones globales alcanzadas son pequeñas. Esta observación está de acuerdo y con las medidas tomadas en los extensómetros COD, que siguen un comportamiento análogo.

La última observación se refiere al hecho de que el diferente comportamiento registrado entre unas probetas y otras tiene una clara respuesta en la relación entre deformaciones locales y globales (CTOD-LVDT) en el tránsito del comportamiento frágil hacia el comportamiento dúctil. El primero de ellos queda determinado por las condiciones locales, las cuales se vuelven críticas para valores realmente bajos de deformación local ($CTOD < 0.3$ mm) e impiden el desarrollo de deformaciones globales, mientras que el segundo (comportamiento dúctil) permite que se desarrollen deformaciones globales. La Figura 17 muestra las diferencias entre ambos tipos de comportamiento, incluyendo los grandes cambios observados en la capacidad de deformación. En concreto se muestran tres curvas, correspondientes al comportamiento frágil, de transición y dúctil.

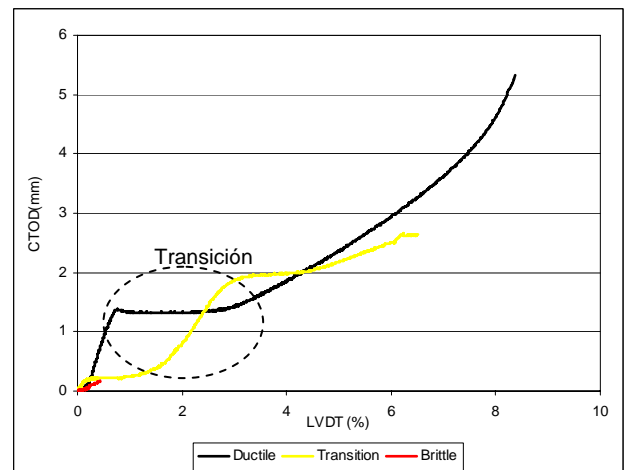


Fig. 17. Relación entre deformaciones locales y globales para los distintos tipos de comportamiento del material.

4. IMPLICACIONES DEL EFECTO ENTALLA EN LAS EVALUACIONES DE INTEGRIDAD ESTRUCTURAL

Cuando se evalúa la integridad estructural de componentes entallados es una práctica habitual el considerar que las entallas se comportan como fisuras. Esta hipótesis proporciona resultados conservadores, dado que no se tiene en cuenta el efecto entalla tanto en la tenacidad aparente como en la carga de colapso plástico. Si el análisis se realiza haciendo uso de la metodología FAD, el punto de evaluación de un componente entallado puede quedar claramente fuera

del área definida entre la Línea de Fallo (FAL) y los ejes coordenados (área de seguridad), prediciendo una rotura cuando el componente puede estar en condiciones perfectamente seguras. Las correcciones propuestas en [7,8] corrigen este excesivo conservadurismo y permiten determinar correctamente el mecanismo de fallo a través de la estimación del incremento de la tenacidad aparente generado por la entalla. La Figura 18 muestra estas situaciones, en donde la evaluación inicial del componente en rotura (probeta X4M4A3) se sitúa muy alejada de la FAL (coeficiente de seguridad $\gg 1$), y el análisis predice un fallo por fractura [7,8]. Sin embargo, tras las correcciones propuestas en [7,8], el punto de evaluación se sitúa más próximo a la FAL (menor conservadurismo) y se predice el mecanismo de fallo real (colapso plástico).

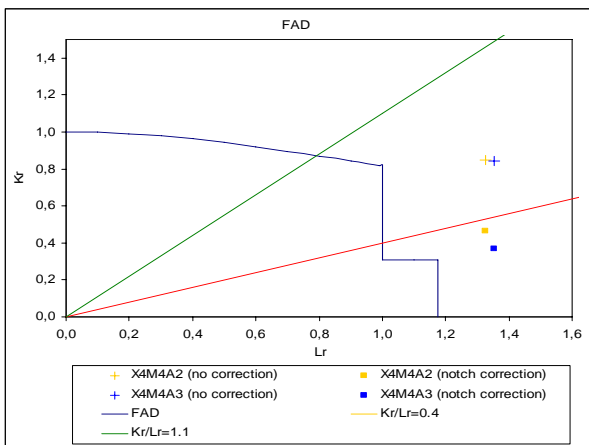


Fig. 18. Evaluación FAD de las probetas X4M4A2 y X4M4A3. El área bajo la pendiente de 0.4 corresponde a fallos de colapso plástico; el área sobre la pendiente de 1.1 corresponde a fallos dominados por la fractura y el área entre ambas pendientes corresponde a mecanismos de rotura mixtos [7,8,12].

La Figura 19 muestra la relación entre el radio de entalla y el coeficiente de seguridad obtenido (definido en la Figura 20) sin aplicar correcciones de entalla. El efecto del resto de fuentes de pérdida de confinamiento ha sido eliminado haciendo uso de la mecánica de la fractura biparamétrica [7,8].

Además, se ha observado la implicación del efecto entalla en la carga de colapso plástico de un componente entallado. La Figura 21 muestra la evolución del parámetro L_r en rotura (L_r^c), siendo:

$$L_r = \frac{P}{P_L}; L_r^c = \frac{P^c}{P_L} \quad (2)$$

en donde P es la carga aplicada, P^c es la carga de rotura y P_L es la carga de colapso plástico del componente fisurado.

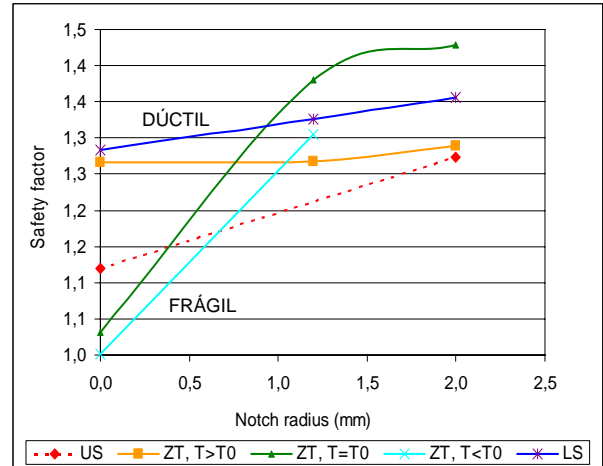


Fig. 19. Evolución de los coeficientes de seguridad de las evaluaciones FAD en función del radio de entalla y del estado del material.

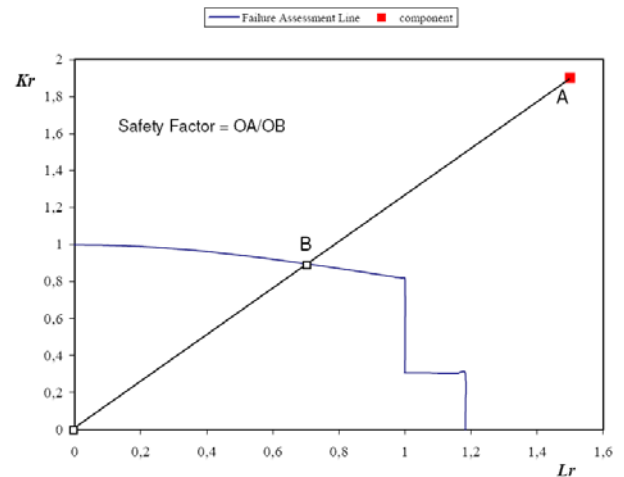


Fig. 20. Definición del coeficiente de seguridad.

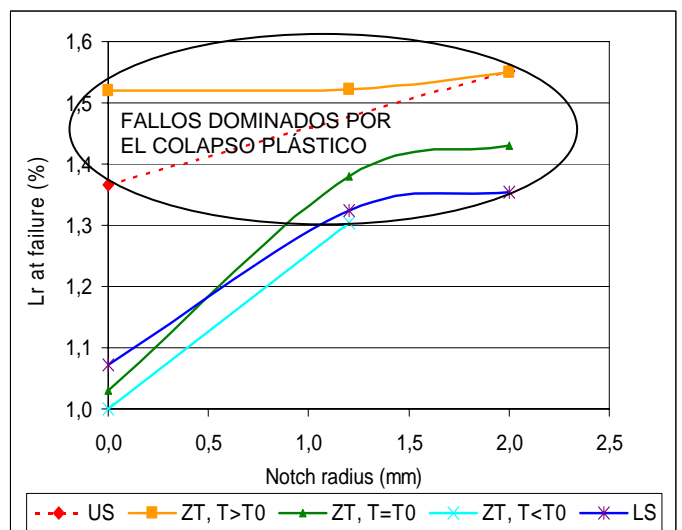


Fig. 21. Evolución de L_r en el fallo (L_r^c) en función del radio de entalla y del estado del material.

Dado que el fallo de los componentes entallados (y el de algunos fisurados) ha sido ocasionado por un proceso de colapso plástico, el parámetro determinante en la evaluación es P_L (siendo despreciable el efecto de la fractura). Por lo tanto, si las entallas se hubiesen comportado como fisuras, L_r en rotura estaría cerca de L_{rmax} (definido por el correspondiente procedimiento de evaluación como el corte vertical final de la FAL). Sin embargo, cuanto mayor es el radio de entalla mayor es la carga de rotura P^c y, consecuentemente, L_r^c (que llega a ser mucho mayor que L_{rmax}), dado que P_L es constante. Esto significa que la carga de colapso plástico real aumenta cuando lo hace el radio de entalla.

5. CONCLUSIONES

Este trabajo ha presentado los resultados experimentales obtenidos del ensayo de catorce probetas que combinan diferentes radios de entalla y temperaturas en relación a T_0 . El objetivo ha sido establecer las diferencias en el comportamiento de probetas fisuradas y el de probetas entalladas en los diferentes estados del material frente a la fractura, así como los procesos locales que tienen lugar en el material y que explican dichas diferencias. Además, se han establecido consideraciones sobre el efecto de las entallas en las evaluaciones de integridad estructural. Las principales conclusiones son las siguientes:

- Se ha observado un claro efecto entalla para temperaturas inferiores a la de transición que produce aumentos de en la tensión crítica, la deformación global en rotura y el valor crítico de CTOD.
- Este efecto entalla tiene una importancia mucho menor a temperaturas superiores a T_0 , en donde incluso las probetas fisuradas desarrollan una importante plasticidad.
- A temperaturas en las cuales las probetas fisuradas tienen un comportamiento claramente frágil, las correspondientes probetas entalladas tienen comportamiento dúctil. Esto afecta a la curva de resistencia a fractura del material de un componente entallado, con un incremento del valor correspondiente al *Upper Shelf* y un desplazamiento de la Zona de Transición hacia temperaturas menores.
- Los caminos de carga-deformación de componentes fisurados y entallados son muy similares (en términos de pendiente elástica, carga de comienzo de la plastificación y endurecimiento) encontrándose la diferencia en el punto de rotura, el cual se alcanza a mayores deformaciones y tensiones a medida que aumenta el radio de entalla.
- El comportamiento diferente de componentes fisurados y entallados tiene su origen en la relajación tensional que tiene lugar en el fondo de entalla. Dicha relajación produce un aumento de la tenacidad a fractura aparente y permite a las probetas entalladas desarrollar comportamientos dúctiles a temperaturas a las cuales las probetas fisuradas tienen comportamientos frágiles. Estas probetas entalladas

se comportan como probetas fisuradas a temperaturas más elevadas.

- La evolución de las deformaciones globales y locales muestra los diferentes procesos que tienen lugar en componentes fisurados y entallados. En componentes con comportamiento dúctil la plastificación local en el fondo del defecto es seguida por la plastificación del resto del material de la probeta, llegando finalmente a la rotura. Por el contrario, en probetas con comportamiento frágil, las deformaciones locales en el fondo del defecto alcanzan rápidamente valores críticos, sin que se desarrolle plasticidad en el resto del componente.
- La hipótesis de que las entallas se comportan como fisuras puede ser muy conservadora y el punto de evaluación en el FAD puede situarse en zonas correspondientes a mecanismos de fallo distintos a los reales. Estos problemas pueden resolverse aplicando las correcciones de la resistencia a fractura propuestas en [7,8] y teniendo en cuenta que también la carga de colapso plástico aumenta cuando lo hace el radio de entalla.

6. REFERENCIAS

- [1] Creager, M., Paris, C., Elastic field equations for blunt cracks with reference to stress corrosion cracking. *International Journal of Fracture*. 1967; 3: 247-252.
- [2] Bao, Y., Jin, Z., Size effects and mean strength criterion for ceramics. *Fatigue Fract. Eng. Mater. Struct.* 1993; 16: 829-835.
- [3] Niu, L.S., Chehimi, C., Pluvinaige, G. Stress field near a large blunted V notch and application of the concept of notch stress intensity factor to the fracture of very brittle materials. *Engineering Fracture Mechanics*. 1994; 49: 325-335.
- [4] Pluvinaige, G., Fatigue and fracture emanating from notch; the use of the notch stress intensity factor. *Nuclear Engineering and Design*. 1998; 185: 173-184.
- [5] Fenghui, W.. Prediction of intrinsic fracture toughness for brittle materials from the apparent toughness of notched-crack specimen. *Journal of Material Science*. 2000; 35: 2543-2546.
- [6] Kim, J.H., Kim, D.H., Moon, S.I. Evaluation of static and dynamic fracture toughness using apparent fracture toughness of notched specimens. *Materials Science and Engineering A*. 2004; 387-389: 381-384.
- [7] Cicero, S., Evaluación de la integridad estructural de componentes sometidos a condiciones de bajo confinamiento. PhD Thesis, University of Cantabria, Santander, Spain, 2007.
- [8] Cicero, S., Gutiérrez-Solana, F., Álvarez, J.A., Structural integrity assessment of components subjected to low constraint conditions. *Engineering Fracture Mechanics*, Submitted.

- [9] BS EN 10025-1:2004. Hot rolled products of non-alloy structural steels. General delivery conditions. British Standard, 2004.
- [10] BS 7448: Fracture mechanics toughness tests. Part 1. Method for determination of K_{IC}, critical CTOD and critical J values of metallic materials. British Standard, 1991.
- [11] ASTM E1921-05: Standard test method for determination of reference temperature, T₀, for ferritic steels in the transition range, 2005.
- [12] FITNET Fitness for Service Procedure, Draft MK7. Prepared by European Fitness for Service Network-FITNET. EU's Framework 5, Proposal No. GTC-2001-43049, Contract No. G1RT-CT-2001-05071.
- [13] O'Dowd, NP., Application of two parameter approaches in elastic-plastic fracture mechanics. 1995; Engineering Fracture Mechanics: 52 (3): 445-465.
- [14] SINTAP: Structural Integrity Assessment Procedures for European Industry. Brite-Euram Project No. BE95-1426, Contract No. BRPR-CT95-0024, Final Report, 1999.
- [15] R6: Assessment of the integrity of structures containing defects. British Energy Generation Limited, Revision 4, 2001.
- [16] VOCALIST: Validation of Constraint Based Assessment Methodology in Structural Integrity, FIKS CT-2000-00090, Fifth Framework of the European Atomic Energy Community (EURATOM), 2001

DAÑO MICROESTRUCTURAL PRODUCIDO EN COLONIAS DE PERLITA COMO CONSECUENCIA EXCLUSIVA DEL PROCESO DE TREFILADO

F. J. Ayaso 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

Tlfno.: 980 54 50 00, ext: 3673. Fax: 980 54 50 02

RESUMEN

En este artículo se estudia la formación y evolución del daño microestructural que puede llegar a soportar la microestructura (colonias de perlita) de aceros perlíticos con distinto grado de trefilado, como una consecuencia directa del propio proceso de fabricación en sí. Conocido es que la microestructura perlítica sufre una serie de cambios durante el proceso del trefilado, a saber, disminución del espaciado interlamellar, orientación progresiva de la misma en la dirección del eje longitudinal del alambre (dirección del trefilado DT), así como un aumento de la densidad de dislocaciones. Pero durante el proceso del trefilado se producen además una serie de eventos en un cierto número de colonias de perlita como consecuencia del propio proceso en sí: micro-fisuración y micro-delaminación. En este artículo se clasifican y analizan en detalle distintos tipos de daño microestructural en las colonias a consecuencia del trefilado.

ABSTRACT

In this work a study is presented of the initiation and evolution of micro-structural damage that can be supported by the microstructure of pearlitic steels with different cold drawing degree, this micro-structural damage being produced during the cold drawing process. Pearlitic microstructure suffers changes during the manufacture process: decrease of interlamellar spacing, progressive orientation to the longitudinal wire axis (cold drawing direction) and an increase of the dislocations density. Apart these changes, the micro-cracking and micro-delamination of some pearlitic colonies are observed as a consequence of the manufacture procedure. In this paper different forms of microstructural damage as a consequence of cold drawing are classified and analyzed in detail.

PALABRAS CLAVE: Acero perlítico, Trefilado, Microdaño.

1. INTRODUCCIÓN

Microscópicamente el proceso de trefilado produce una orientación progresiva de las colonias de perlita, y de las láminas que las conforman, en la dirección longitudinal del alambre al pasar a través de las sucesivas hileras de trefilar, así como un decremento progresivo del espaciado interlamellar de la perlita [1,2]. Durante dicho proceso se produce una rotura parcial de las láminas de cementita al no poder soportar éstas la misma deformación plástica que las láminas de ferrita adyacentes, si bien las láminas de cementita muestran cierta capacidad de deformación plástica [3,4]. Otros investigadores han estudiado la deformación cortante transversal que soportan las colonias de perlita fina y gruesa durante ensayos de tracción realizados sobre aceros perlíticos (trefilados y sin trefilar) para grandes deformaciones longitudinales [5] y sobre aceros de rail [6], observando en ellos bandas intensas de deformación cortante en colonias de perlita cuya orientación coincide con la dirección longitudinal de la probeta (dirección de la carga aplicada). Los estudios más recientes se han

centrado por un lado en el estudio de la formación de vacíos que se produce en las colonias de perlita como consecuencia de la fragmentación de las láminas de cementita en la sección transversal del alambre durante el proceso del trefilado [7]; por otro lado se encuentra el estudio de la delaminación que se produce en ciertas colonias de perlita como consecuencia de procesos de torsión realizados sobre aceros perlíticos trefilados destinados a formar parte de resortes en espiral o de hilos trenzados para el refuerzo de neumáticos [8].

En este artículo se realiza un estudio del daño microestructural que experimentan determinadas colonias de perlita en la dirección longitudinal de los alambres (dirección del trefilado DT) como consecuencia del propio proceso de fabricación (trefilado). Para ello se ha examinado la micro-estructura longitudinal de alambres de acero perlítico, correspondientes a distintas coladas y con distinto grado de trefilado, mediante técnicas de materialografía y de microscopía electrónica de barrido, obteniéndose así un estudio cualitativo y evolutivo del daño micro-estructural durante el trefilado.

2. PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL

Los materiales empleados han sido alambres de acero perlítico correspondientes a procesos reales de trefilado. Se han estudiado 5 tipos de aceros (A, B, C, D, E) los cuales pertenecen a distintas coladas de acero perlítico y a distintos procesos de trefilado. El acero tipo A pasa a través de 6 hileras de trefilar mientras que el resto de los aceros (B, C, D, E) pertenecen a procesos de trefilado con 7 hileras de trefilar. La composición química de cada acero es muy similar y aproximadamente se corresponde con la composición eutectoide. Para la observación metalográfica de los aceros se ha procedido a extraer unas muestras representativas de todos los alambres (correspondientes a cada paso del proceso de trefilado) mediante cortes transversales al eje longitudinal de los mismos: pequeñas muestras cilíndricas de 1 cm. de altura y con un diámetro que se corresponde con el de cada alambre en particular. A continuación cada una de las muestras extraídas fue cortada longitudinalmente por un plano axial. Dichas muestras se embutieron en una resina tipo fenólica endurecida térmicamente para a continuación ser esmeriladas, pulidas y posteriormente atacadas con nital diluido al 4% en etanol comercial.

3. ANÁLISIS DEL DAÑO MICROESTRUCTURAL

3.1. Daño microestructural intra-colonial

Durante la observación microestructural de los distintos alambres de acero estudiados, en aquellos que han pasado a través de los primeros pasos del trefilado (aceros débilmente trefilados), se ha observado que determinadas colonias de perlita muestran cierto nivel de daño estructural en su interior (*daño intra-colonial*). El daño observado ha sido el siguiente: daño local en forma de bandas de intensa deformación plástica y daño extenso con una apariencia típica de *piel de leopardo*.

El más llamativo de los dos tipos de daño intra-colonial encontrado es el daño con apariencia de *piel de leopardo*. En la Fig. 1 se encuentra representada la microestructura de un alambre de acero C2 (esto es composición química tipo C y que ha pasado a través de 2 hileras de trefilar). En dicha micrografía se observa que dentro de una misma colonia aparecen diversas manchas oscuras que poseen la apariencia de la piel de un leopardo. En un principio puede pensarse que dichas anomalías son producidas por la presencia de pequeñas partículas de segunda fase de apariencia oscura, pero un examen a mayores aumentos de dicha zona ha permitido concluir que se trata de una serie de láminas de cementita fracturadas localmente y en las cuales se han producido vacíos alrededor de las zonas fracturadas. El motivo por el cual este tipo de daño intra-colonial tiene una apariencia de piel de leopardo puede encontrarse en las técnicas convencionales de la preparación metalográfica de muestras [9], provocado probablemente por la acción corrosiva del agente químico, agente el cual causa manchas alrededor de los micro-vacíos encontrados dentro de las colonias.

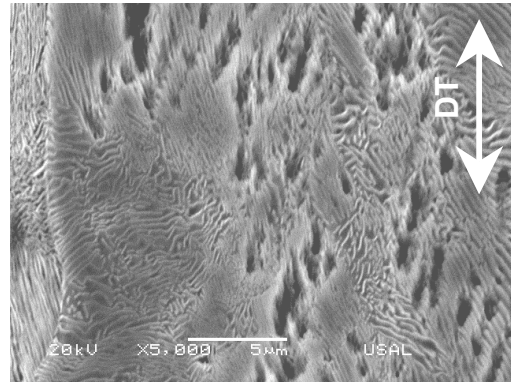


Fig. 1. Detalle del daño microestructural tipo “piel de leopardo” en un acero C2.

Para los aceros que han pasado a través de un mayor número de hileras de trefilar este tipo de daño microestructural evoluciona hacia una apariencia de arañazos (*arañazos* o *garras de leopardo* para continuar con la nomenclatura empleada anteriormente). Esta característica puede ser observada en las Figs. 2 a 4, en las cuales se muestran las secciones longitudinales (según la dirección de trefilado DT) de alambres fuertemente trefilados correspondientes a las últimas etapas del proceso, pudiéndose apreciar en ellas un daño intra-colonial extenso en forma de fisuración de láminas de cementita y de ferrita muy alineado y paralelo a lo largo de la sección de la colonia de perlita.

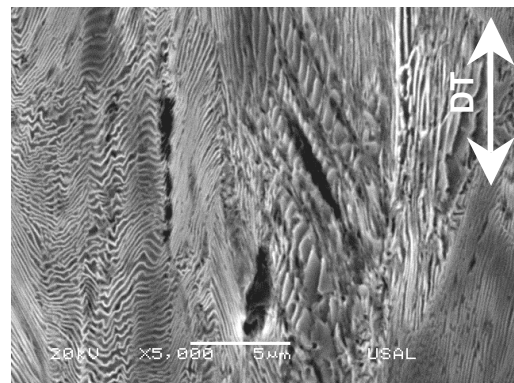


Fig. 2. Daño tipo “garras de leopardo” en un alambre que ha pasado a través de 5 hileras de trefilar.

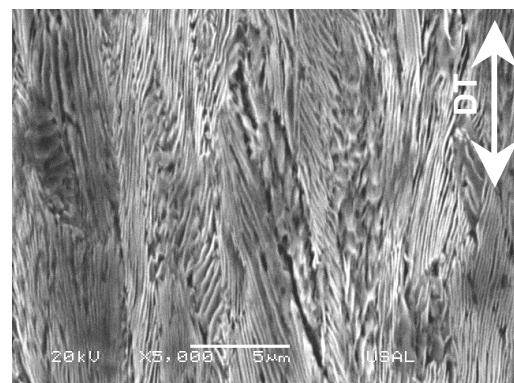


Fig. 3. Daño tipo “garras de leopardo” en un alambre que ha pasado a través de 6 hileras de trefilar.

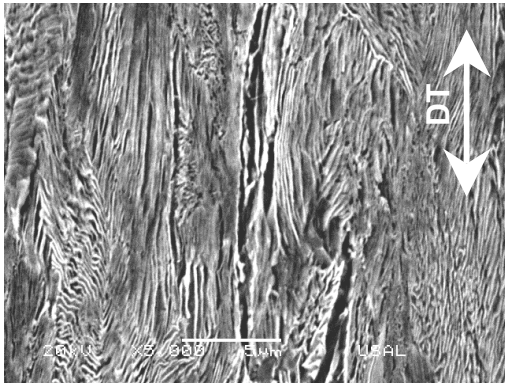


Fig. 4. Daño microestructural tipo “garras de leopardo” en un alambre de pretensado comercial (que ha pasado a través de 7 hileras de trefilar).

Otro tipo de daño intra-colonial producido como consecuencia del proceso de trefilar se caracteriza por la presencia de bandas de intensa deformación cortante, deformación la cual llega a romper las láminas de cementita que atraviesa [Fig. 5(a)]. La muestra se corresponde con un alambre de acero que ha pasado por dos hileras de trefilar. Para aceros con un nivel de trefilar mayor, se ha encontrado este mismo defecto pero con mayor extensión dado que este microdaño se acentúa al pasar el alambre por las sucesivas hileras de trefilar. A modo de ejemplo considérese el caso de la Fig. 5(b), en la cual se muestra la micro-estructura de un alambre que ha pasado por 4 hileras de trefilar y en la que se puede observar una microfisura que atraviesa la práctica totalidad de la colonia de perlita en cuestión.

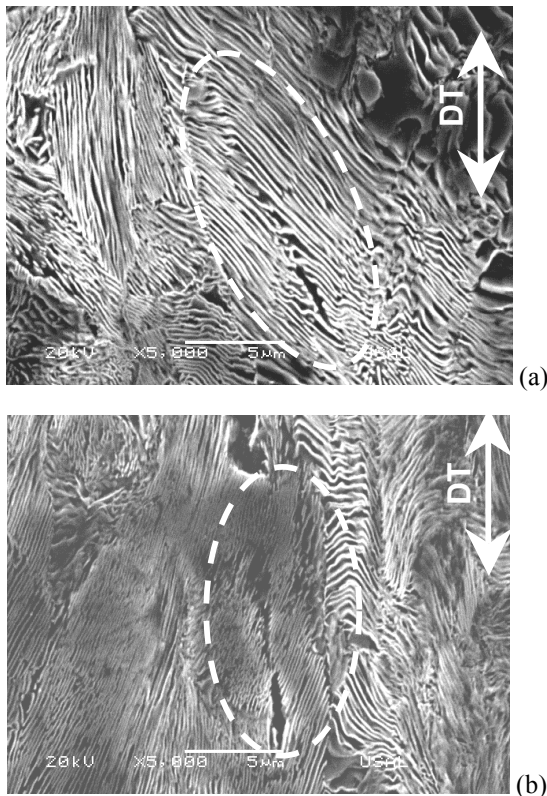


Fig. 5. Colonias de perlita con micro-daño por deformación cortante: aceros D2 (a) y D4 (b).

3.2. Daño microestructural inter-colonial

Otro tipo de daño que se ha observado en la sección longitudinal de los alambres como consecuencia directa del proceso de trefilar ha sido el denominado *daño microestructural inter-colonial*, esto es, un daño microestructural que afecta a varias colonias de perlita ya sea por desgarro o por micro-descolonización.

El *desgarro de colonias de perlita* se ha encontrado de dos tipos: desgarro de colonias en contacto directo con otras a través del límite de colonia, o bien desgarro de colonias de perlita adyacentes por causa de una *deformación excesiva* en la dirección del trefilar (DT). El desgarro de dos colonias adyacentes, y a través del límite de colonia, se encuentra representado en la Fig. 6(a) para un alambre de acero que ha pasado a través de dos hileras de trefilar, mientras que en la Fig. 6(b) se representa el mismo fallo micro-estructural, pero más desarrollado, para un alambre de acero perlítico que ha pasado por seis hileras de trefilar. Se puede apreciar que a medida que aumenta el grado de trefilar del alambre, el defecto micro-estructural se orienta en la dirección del trefilar DT al igual que la micro-estructura perlítica que lo rodea.

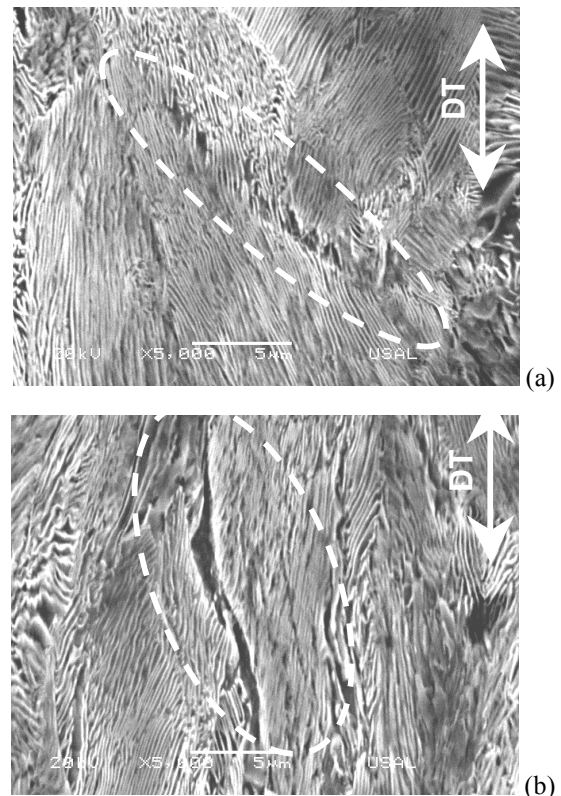


Fig. 6. Desgarro entre colonias adyacentes: acero débilmente trefilarado (a), y fuertemente trefilarado (b).

Otro tipo de desgarro entre varias colonias es el representado en la Fig. 7. En este caso el desgarro se produce entre varias colonias de perlita vecinas que poseen sus láminas muy orientadas en la dirección del trefilar, ya sea en aceros débilmente [Fig. 7(a)] o fuertemente trefilarados [Fig. 7(b)]. En las mencionadas

figuras puede observarse, con cierta extensión, una fractura total de las colonias de perlita que recuerda al daño previo a la rotura de un alambre durante un ensayo de tracción simple, sólo que en este caso el daño se ha producido como consecuencia del propio proceso de fabricación mediante trefilado, y a raíz de solicitaciones mecánicas posteriores.

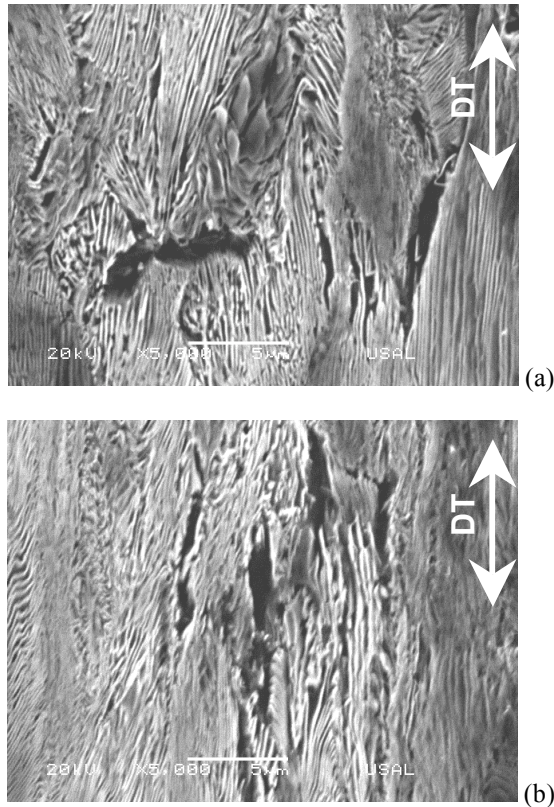


Fig. 7. Desgarro entre colonias adyacentes: acero débilmente trefilado (a), y fuertemente trefilado (b).

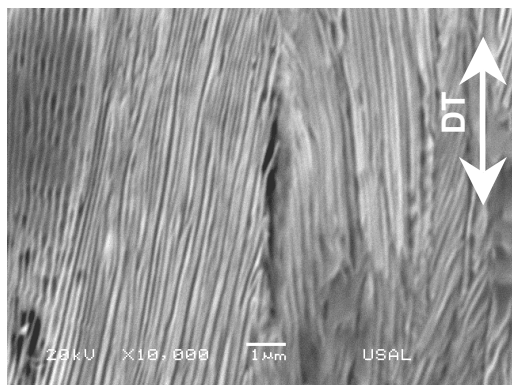


Fig. 8. Daño por micro-descolonización en un alambre fuertemente trefilado.

Dentro del daño micro-estructural inter-colonial se ha encontrado un tercer tipo de micro-daño puntual cuya observación es más fácil para aquellos aceros que han pasado por varias hileras de trefilar (aceros fuertemente trefilados), esto es, la pérdida de la unión entre dos colonias adyacentes en una zona muy pequeña y

localizada en el mismo límite de colonia que las une (*daño por micro-descolonización*). En la Fig. 8 se muestra un ejemplo de este micro-daño estructural para el caso de un acero que ha pasado a través de 5 hileras de trefilar y en la cual se puede observar la fuerte orientación de las láminas de ferrita y cementita en la dirección del trefilado DT.

4. DISCUSION.

Los defectos micro-estructurales que se han encontrado en las secciones longitudinales de alambres de acero perlítico con distinto grado de trefilado han sido clasificados en forma de daño *intra* e *inter-colonial*, esto es, daño en colonias de perlita que sólo afecta al interior de una colonia (*intra-colonial*) o que atraviesa varias colonias (*inter-colonial*).

La formación del microdaño intra-colonial denominado "*piel de leopardo*" puede explicarse en términos de los mecanismos del propio proceso de trefilado, conjuntamente con el mecanismo de fractura de la perlita propuesto por Miller y Smith [10].

En el alambre de acero previo a su introducción en la cadena de trefilado (alambrón), un número determinado de colonias de perlita se encuentran dispuestas en una dirección coincidente con la del eje longitudinal del alambre por causa del azar. Durante el paso de éste a través de las primeras hileras de trefilar dichas colonias son sometidas a tensiones de tracción y de compresión en las direcciones paralela y perpendicular respectivamente de las láminas que las conforman. Bajo la acción de este intenso campo tensional las láminas de ferrita (comparativamente más dúctiles) se deforman plásticamente en la dirección del trefilado, localizándose dicha deformación en forma de bandas de deslizamiento orientadas aproximadamente a unos 45° del eje sobre el que actúa el esfuerzo tensil (la dirección del trefilado) causando de esta forma roturas locales de las láminas de cementita que atraviesan dichas bandas de deformación plástica y produciéndose así una apariencia de piel de leopardo por causa del ataque químico realizado para facilitar su observación y estudio.

A modo de ejemplo ilustrativo véase la micrografía representada en la Fig. 9(a), en la cual se muestra la micro-estructura de un acero que ha pasado a través de 2 hileras de trefilar, en la cual se observan dos colonias de perlita totalmente orientadas en la dirección longitudinal del alambre, que muestran bandas de deformación plástica con rotura local de láminas de cementita (incubación de *piel de leopardo*). A medida que el alambre soporta una mayor tensión al pasar por las siguientes hileras de trefilar aumenta el número de bandas de deformación plástica y el número de roturas locales de láminas de cementita, hasta llegar un momento en que todas las láminas de cementita atravesadas por dichas bandas de deslizamiento se rompen, Fig. 9(b), dando lugar al daño estructural con apariencia de *arañazos* o *garras de leopardo*.

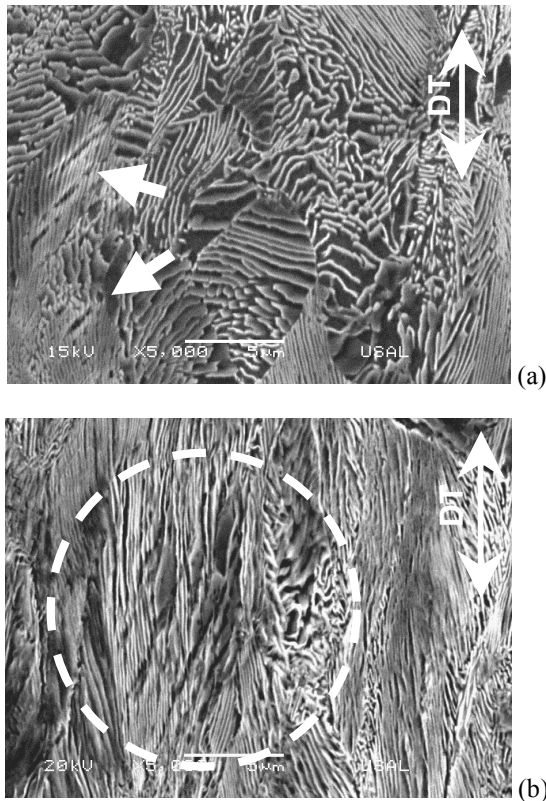


Fig. 9. Incubación del daño tipo "piel de leopardo" (a), y su evolución a lo largo del proceso del trefilado hacia "garras de leopardo" (b).

El daño micro-estructural del tipo intra-colonial en forma de una única banda de intensa deformación plástica [véase la Fig. 5(a)] se produce principalmente en colonias que se encuentran dispuestas en una dirección transversal al eje longitudinal del alambre y que debido a sus condiciones de contorno son muy reacias a la hora de orientarse en la dirección del trefilado, *i.e.*, no se orientan tan fácilmente como las colonias que las rodean. La razón principal es la compresión diametral que tienen que soportar dichas colonias durante el paso del alambre por cada hilera de trefilar. A medida que el alambre pasa por un mayor número de hileras de trefilar la colonia de perlita se orienta hacia la dirección longitudinal del alambre y su daño se hace cada vez mayor [Fig. 5(b)].

Otro mecanismo para la formación de este tipo de daño se muestra en la Fig. 10 para un alambre que ha pasado a través de 2 hileras de trefilar. En este caso la colonia de perlita en cuestión tiene también sus láminas orientadas en una dirección perpendicular a la dirección del trefilado y se encuentra parcialmente dañada por una micro-fisura que se ha generado en torno a una inclusión durante el paso del alambre por las hileras de trefilar [11], o bien se trata de una micro-fisura por descolonización que ha penetrado en una colonia de perlita vecina. En este caso la deformación de arrastre que producen las colonias de perlita colindantes sobre la misma (al pasar por las hileras del trefilado) para hacerla girar paulatinamente hacia la dirección longitudinal del alambre actúan como un par de fuerzas

provocando una tensión cortante que induce una banda de deslizamiento plástico a lo largo de la colonia. En un primer momento (aceros débilmente trefilados) dicha tensión cortante deforma y rompe algunas láminas de cementita para a continuación (aceros fuertemente trefilados) llegar a romperlas totalmente, incluso las láminas de ferrita, dando lugar a la formación de una micro-fisura de mayor tamaño y orientada en la dirección longitudinal del alambre (DT). En la Fig. 10 se puede observar una colonia de perlita bajo estas condiciones de contorno; obsérvese cómo las láminas de la colonia central se encuentran deformadas en la dirección de arrastre de las colonias colindantes (flechas huecas), haciendo girar a la colonia en torno a un plano sobre el cual actúa una tensión cortante.

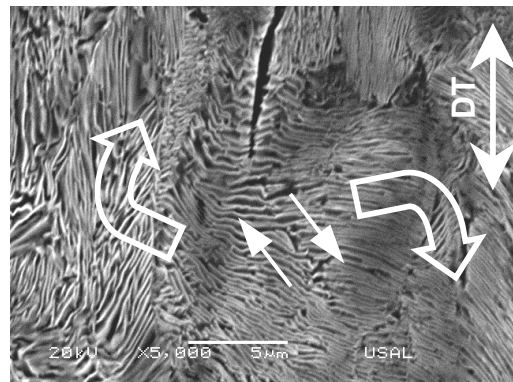


Fig. 10. Daño intra-colonial en un alambre correspondiente al segundo paso del trefilado.

En cuanto al daño inter-colonial, aquel que se produce entre dos o más colonias de perlita adyacentes, se ha encontrado que puede estar generado por una pérdida de su unión a lo largo del límite de colonia (Fig. 6), o bien puede estar formado por la rotura transversal de colonias de perlita muy orientadas en la dirección del trefilado y próximas entre si (Fig. 7). En muchos casos este tipo de daño es producido por la presencia en el acero de partículas de segunda fase (inclusiones) de una naturaleza comparativamente más frágil que la matriz perlítica que las rodea, lo cual produce que durante el trefilado ocurra un desligamiento de ambos dando lugar a la formación de una microfisura [11]. El crecimiento de dicha microfisura se ve potenciado por posibles inclusiones que se encuentran inmersas en colonias de perlita con espaciado interlaminar muy pequeño y totalmente orientadas en la dirección del trefilado, lo cual confiere a tales colonias un nivel de rigidez elevado en dicha dirección. En este caso, al pasar el alambre por las hileras de trefilar las colonias en cuestión adquieren un nivel tensional muy elevado en la dirección del trefilado, por tener todas sus láminas de cementita orientadas en dicha dirección. Bajo estas condiciones al despegarse la inclusión de la matriz perlítica (o del límite de colonia en el que se encuentra) cuando pasa el alambre por las primeras hileras de trefilar se forma una microfisura en cuyos extremos hay una gran concentración de tensiones, concentración la cual provoca el crecimiento de la misma en la dirección diametral del alambre. Cuando se dan estas condiciones en un conjunto de colonias muy cercanas entre si se

produce un daño micro-estructural por desgarro de colonias (véase la Fig. 11 en la que se ha representado un alambre que ha pasado tan sólo por dos hileras de trefilar). A medida que el acero pasa por sucesivas hileras de trefilar estas micro-fisuras se orientan en la dirección del eje longitudinal del alambre y no pueden crecer en la dirección transversal del mismo debido a las condiciones de contorno diametral que impone el propio proceso de deformación plástica.

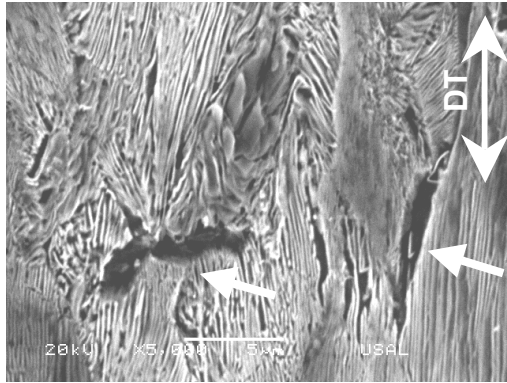


Fig. 11. Daño microestructural inter-colonial por desgarro de varias colonias vecinas.

5. CONCLUSIONES

Además de una mejora de las propiedades mecánicas del acero, el proceso del trefilado induce una serie de daños en su micro-estructura desde que el alambre pasa por las primeras hileras de trefilar. Estos daños han sido identificados y caracterizados a lo largo del proceso del trefilado para conocer la evolución de los mismos con dicho proceso de deformación plástica.

El *daño microestructural inter-colonial* se produce en forma de “piel de leopardo” o “garras de leopardo”, lo cual puede explicarse a partir del micro-mecanismo de Miller y Smith de fisuración por cortante de la perlita mediante rotura (a consecuencia de una deformación excesiva) de las láminas de cementita al deformarse plásticamente la ferrita debido al trefilado.

El *daño microestructural intra-colonial* se produce en forma de desgarro entre colonias a través de las fronteras entre las mismas, lo cual se plasma normalmente en una banda de intensa deformación plástica o en una micro-fisura, a consecuencia de descolonización local, micro-delaminación, micro-fisuración a raíz de inclusiones, etc.

AGRADECIMIENTOS

Los autores desean hacer constar su agradecimiento a las siguientes instituciones: MCYT-FEDER (Proyecto MAT2002-01831), MEC (Proyecto BIA2005-08965), JCyL (Proyectos SA078/04, SA067A05 y SA111A07), Universidad de Salamanca (Proyecto USAL 2005-09) y expresar su gratitud a las factorías EMESA TREFILERÍA S.A. (La Coruña) y TREFILERÍAS QUIJANO S.A. (Los

Corrales de Buelna, Cantabria) por el suministro del acero utilizado en el programa experimental.

REFERENCIAS

- [1] J. Toribio and E. Ovejero, “Microstructure evolution in a pearlitic steel subjected to progressive plastic deformation”, *Materials Science and Engineering A234-236*, pp. 579-582 (1997).
- [2] J. Toribio and E. Ovejero, “Effect of cumulative cold drawing on the pearlite interlamellar spacing in eutectoid steel”, *Scripta Materialia* 39, pp. 323-328 (1998).
- [3] J.I. de Brito and G. W. Rowe, “An examination of the structure and properties of drawn high-carbon steel wires”, *Journal of Mechanical Working Technology* 4, pp. 249-262 (1980).
- [4] J. D. Embury and R. M. Fisher, “The structure and properties of drawn pearlite”, *Acta Metallurgica* 14, pp. 147-160 (1966).
- [5] D. A. Porter, K. E. Easterling and G. D. W. Smith, “Dynamic studies of the tensile deformation and fracture of pearlite”, *Acta Metallurgica* 26, pp. 1405-1422 (1978).
- [6] M. Dollar, I. M. Bernstein and A. W. Thompson, “Influence of deformation substructure on flow and fracture of fully pearlitic steel”, *Acta Metallurgica* 36 (2), pp. 311-320 (1988).
- [7] W.J. Nam and C.M. Bae, “Void initiation and microstructural changes during wire drawing of pearlitic steels”, *Materials Science and Engineering* 203 pp. 278-285 (1995).
- [8] C.M. Bae, W.J. Nam and C.S. Lee, “Effect of interlamellar spacing on the delamination of pearlitic steel wires”, *Scripta Materialia* 35, pp. 641-646 (1996).
- [9] S. K. Kang and K. V. Gow, “An Improved Metallographic Technique for the Study of Nonmetallic Inclusions in Steel”, *Metallography* 11, pp. 219-222 (1978).
- [10] G. E. Dieter, “Mechanical Metallurgy”, McGraw-Hill, United Kingdom (1998).
- [11] F. J. Ayaso, B. González y J. Toribio, “Influencia de las inclusiones sobre el comportamiento en fractura de aceros perlíticos trefilados”, *Anales de Mecánica de Fractura* 24, pp. 99-104 (2007).

EDITORIAL	◆
CONFERENCIAS INVITADAS	◆
FRACTURA DE MATERIALES BIOLÓGICOS Y BIOMATERIALES	◆
FRACTURA DE MATERIALES CERÁMICOS Y PÉTREOS	◆
FRACTURA DE MATERIALES METÁLICOS	◆
FRACTURA DE MATERIALES POLÍMEROS	◆
FATIGA E INTERACCIÓN CON EL MEDIO AMBIENTE	◆
MÉTODOS ANALÍTICOS Y NUMÉRICOS	◆
SEGURIDAD Y DURABILIDAD DE ESTRUCTURAS	◆
TÉCNICAS EXPERIMENTALES	◆
APLICACIONES Y CASOS PRÁCTICOS EN INGENIERÍA	◆
ÍNDICE TEMÁTICO	◆
ÍNDICE DE AUTORES	◆

COMPORTAMIENTO MECÁNICO DE MATERIALES COMPUESTOS NANOREFORZADOS EPOXI/NANOFIBRAS DE CARBONO

R. Chaos-Morán, M.R. Gude, M.D. Escalera, A. Ureña

Departamento de Ciencia e Ingeniería de Materiales, Escuela Superior de Ciencias Experimentales y Tecnología.
Universidad Rey Juan Carlos,
C/ Tulipán, s/n,
28944 Móstoles. España
e-mail: aurena@urjc.es

RESUMEN

El presente trabajo es una primera aproximación al análisis del comportamiento al impacto de materiales compuestos de matriz polimérica reforzada con nanofibras de carbono, centrando la investigación en la influencia que poseen, sobre dicho comportamiento, diferentes factores que afectan al nanorefuerzo (estado superficial, proporción) o a la propia matriz (condición de curado). Se han determinado las energías de fractura por impacto en péndulo Charpy de una resina epoxi de DGEBA reforzada con distintas concentraciones de nanofibras de carbono. Los resultados obtenidos, así como los datos complementarios sobre el comportamiento termomecánico de los materiales determinados por DMTA, demuestran el enorme efecto que tienen las condiciones de curado sobre las propiedades del material resultante. Así mismo, se aprecia una clara influencia del contenido en nanofibras en la estructura de red epoxídica. Esta dependencia determina que la incorporación de nanofibras sólo incrementa la tenacidad de la matriz en aquellas condiciones de curado que aseguren la máxima rigidez en la resina.

ABSTRACT

This paper is a first approach to the analysis of the impact properties of an epoxy-carbon nanofiber composite and to the study of their influential factors which affect to the nanoreinforcement (superficial state, proportion) and to the matrix (curing state). The obtained results from Charpy impact tests, jointly the analysis of the thermomechanical behaviour of nanocomposites by DMTA, show a huge influence of the curing conditions on the final impact properties. Beside, experimental data also reveal a strong influence of the carbon nanofibers content in the final structure of the epoxy. This fact determines that the carbon nanofibers addition produces a toughening effect only on those matrices which had been cured under conditions which provide maximum stiffness.

PALABRAS CLAVE: nanocomposite, nanofibra de carbono, ensayo de impacto Charpy.

1. INTRODUCCIÓN

La incorporación de refuerzos de dimensiones nanométricas en matrices poliméricas es, en la actualidad, una de las líneas de investigación de mayor producción científica en el campo de los materiales. Gran parte de estos trabajos se centran en la mejora de propiedades mecánicas de las matrices, aprovechando las espectaculares propiedades de los nanorefuerzos [1, 2].

Dentro del grupo de nanoestructuras con aplicaciones potenciales como nanorefuerzos, resulta interesante considerar el uso de nanofibras de carbono (CNF) como posible refuerzo de matrices de naturaleza epoxídica. Las CNFs se sitúan a medio camino entre los nanotubos de carbono (CNT) y la fibra de carbono convencional. Son mucho más baratas que los CNTs y presentan, al igual que estos, una relación de forma muy elevada. Además, sus propiedades mecánicas que pueden ser

similares o incluso superiores a las fibras de carbono convencionales.

Las resinas epoxi se caracterizan por ser polímeros que poseen una buena estabilidad térmica y un amplio intervalo de rigidez, lo que las hace ser muy útiles en aplicaciones estructurales para la industria aeronáutica. No obstante, presentan una baja tolerancia al daño, ya sea por impacto o por cargas estáticas aplicadas a un defecto en el seno del material. La incorporación de nanofibras de carbono tiene como fin, además de buscar una mejora en el módulo elástico del material, activar nuevos mecanismos de consumo de energía durante su fractura, que no están presentes en la resina original. Esto supondría una mejora de las propiedades ante fractura de esta familia de polímeros.

Sin embargo, pese a las buenas propiedades que se presume que estos nuevos materiales pueden llegar a poseer, los estudios específicos sobre sus propiedades a impacto y sus mecanismos de fractura son muy

limitados [3, 4]. Esto es debido a los problemas, aun no resueltos, asociados a la fabricación de resinas epoxi reforzadas con CNFs (falta de control de las propiedades de la intercara epoxi-CNF, dispersión deficiente del refuerzo en la matriz y escasa capacidad de optimización de las propiedades según las direcciones), así como a la relativa novedad del uso de CNFs como potenciales refuerzos de matrices termoestables. Estas escasas contribuciones se centran en la determinación de dicho comportamiento a partir de la evaluación de la energía de fractura medida en ensayos de impacto, tales como el péndulo Charpy o Izod.

Todos estos factores hacen que no se pueda afirmar cual es el efecto real, respecto de la resistencia al impacto, de la incorporación de nanofibras de carbono a una matriz epoxídica. Normalmente, se considera que la presencia de nanofibras de carbono ha de generar mecanismos de consumo de energía basados en la desviación de la grieta. Sin embargo, los defectos de fabricación propios de estos materiales (aglomeración de nanofibras, porosidad) actúan como concentradores de tensiones que debilitan de forma notable al material ante un impacto. Además, se ha de considerar la escasa resistencia que suele tener de la intercara epoxi-nanofibra y su posible influencia en el comportamiento de un material ante un impacto.

Este trabajo es un estudio preliminar de cómo afecta las diferentes variables de procesado (curado de la resina, tratamiento y proporción de nanorefuerzo) en el comportamiento frente a impacto de material compuesto de resina epoxi reforzada con nanofibras de carbono. Así mismo, se discute los mecanismos de fractura que pueden participar.

2. METODOLOGÍA

2.1. Materiales

Para el desarrollo de este trabajo se han utilizado nanofibras de carbono suministrada por el Grupo Antolín grado GANF-1, de diámetro medio de 20 a 80 nm, longitud media superior a 30 μm , superficie específica de 150 a 200 m^2/g y una energía superficial de 120 mJ/m^2 (datos del fabricante). La resina epoxi empleada como matriz es diglicidil éter de bisfenol-A (DGEBA) entrecruzada con 4-4'-diaminodifenilmetano (DDM).

2.2. Fabricación

Se fabricaron y ensayaron probetas de material compuesto reforzadas con CNFs no tratadas en proporciones de 0,25 %, 0,5 % y 1 % en masa. Los materiales se sometieron a un ciclo de curado consistente en un calentamiento a 150 $^{\circ}\text{C}$ durante 3 horas (condición F1). Varios juegos de probetas curadas con el ciclo F1 se sometieron a un tratamiento adicional

de postcurado durante 1 hora a 180 $^{\circ}\text{C}$ (tipo F2), para su posterior ensayo. También se fabricó y ensayó material compuesto con un 0,25 % de CNF funcionalizada con el agente de curado (CFN-DDM), aplicándole las dos condiciones de curado antes mencionadas. A efectos comparativos, se dispuso de material de referencia de resina epoxi sin reforzar, con los dos tipos curado. En la tabla 1, se resume el total de los materiales fabricados y descritos anteriormente.

Las nanofibras funcionalizadas CNF-DDM se obtienen por tratamiento químico de la nanofibra en estado de recepción. Dicho tratamiento químico consiste en la amidación de la superficie de la nanofibras con la amina de entrecruzamiento usada con el DGEBA (DDM), usando como punto de partida una carboxilación de la superficie con ácidos inorgánicos [5].

El procedimiento usado para fabricar el material persigue lograr un buen grado de dispersión de las nanofibras en la matriz epoxi. Para ello, se ha usado un método fundamentado en el empleo de un disolvente (cloroformo) para disminuir la viscosidad de la resina epoxi, lo que facilita la puesta en suspensión de las nanofibras y su dispersión en la resina mediante la aplicación de ultrasonidos. Posteriormente, se elimina el cloroformo por evaporación, permitiendo el curado de la resina en un molde con la forma deseada (Figura 1).

Tabla 1. Resumen de materiales fabricados y ensayados.

% masa	Tipo de CNF/ condiciones de curado	
	Sin funcionalizar	Funcionalizada
0	F1 y F2	
0,25	F1 y F2	F1
0,50	F1 y F2	---
1	F1 y F2	---

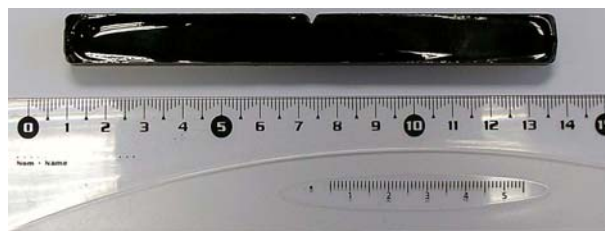


Figura 1. Ejemplo de probeta para péndulo Charpy según la norma ASTM D 6110 de material compuesto epoxi-nanofibras de carbono.

2.3. Ensayos.

Se han realizado ensayos mecánicos de DMTA en el modo de *single cantilever* con un equipo DMA Q800 de TA Instruments y de péndulo Charpy de 50 J Zwick 5113.300 según la norma ASTM D 6110. El estudio se ha completa con un análisis fractográfico de las superficies de las probetas ensayadas a impacto, empleando para ello un microscopio electrónico de barrido Philips ESEM-30.

3. RESULTADOS Y DISCUSIÓN

3.1. Ensayos de péndulo Charpy y DMTA.

La Figura 2 muestra los resultados de energía absorbida por unidad de superficie obtenidos de los ensayos de péndulo Charpy para material reforzado con nanofibras de carbono sin tratar.

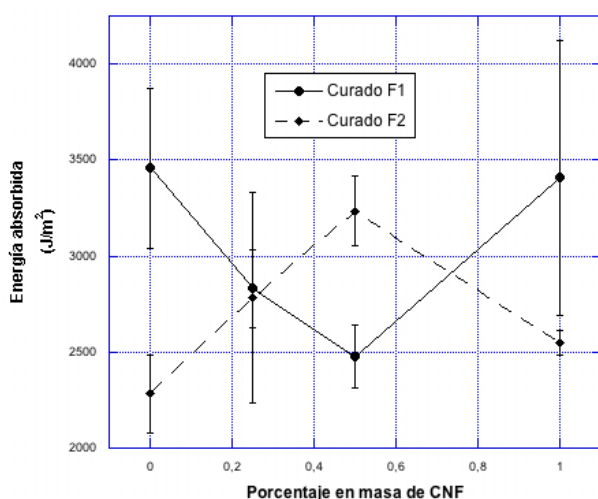


Figura 2. Energía absorbida por unidad de superficie ante impacto en péndulo Charpy de 50 J.

A partir de dichos datos se puede deducir que la resistencia al impacto de las resinas fabricadas depende principalmente de dos factores:

- Porcentaje de refuerzo del material.
- Ciclo de curado al que es sometido el material.

Se observan en el material comportamientos antagónicos en función del ciclo de curado al que ha sido sometido. Los materiales con un ciclo de curado tipo F1 presentan una disminución de su resistencia al impacto con la incorporación de nanorefuerzo hasta porcentajes de refuerzo del 0,5 %. Por el contrario, los materiales sometidos a un ciclo de postcurado adicional (curado tipo F2) presentan un importante incremento de su resistencia al impacto con la adición del mismo contenido de nanorefuerzo (0,5 %). En ambos casos, se aprecia que el incremento de nanofibras hasta el 1 % aproxima la energía de fractura del material compuesto a las que posee la resina sin reforzar.

Por tanto, el grado de entrecruzamiento que presenta la resina epoxi resulta fundamental a la hora de determinar el efecto que tiene la incorporación de nanofibras, siendo más efectivo el efecto de aumento de tenacidad del nanorefuerzo, en aquellas resinas que presenta un mayor grado de entrecruzamiento.

Se ha analizado el efecto que posee la funcionalización de las nanofibras, con el propio agente entrecruzante, sobre el comportamiento a impacto del material compuesto. La figura 3 compara los valores medios de energía absorbida en el ensayo de impacto Charpy para material el material compuesto reforzado con 0,25 % de nanofibras sin tratar y funcionalizadas. Aunque los valores de energía medidos están próximos, sí se aprecia una ligera disminución cuando se emplean fibras funcionalizadas. Esto puede explicar por el hecho de que, aunque se ha observado que la funcionalización de las nanofibras favorece su dispersión en la matriz [5], también generan una intercara más resistente por interacción entre los grupos funcionales enlazados con la superficie de la nanofibra y la matriz epoxi durante la etapa de curado. Esta unión interfacial más resistente inhibiría algunos de los mecanismos de desviación de grieta o extracción de nanofibras que pueden contribuir al aumento de tenacidad de las matrices nanoreforzadas.

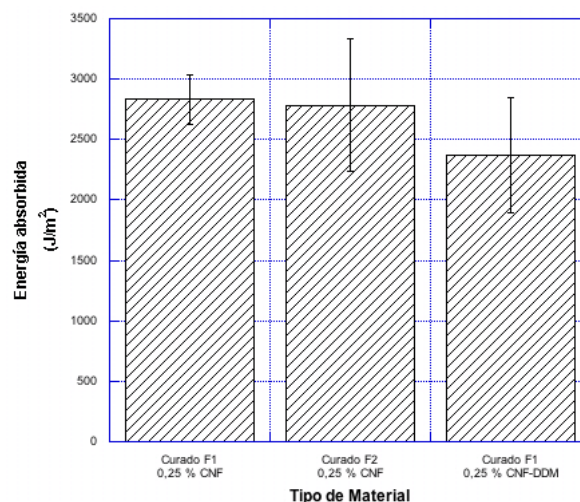


Figura 3. Comparación de la energía Charpy de fractura para material compuesto con 0,25 % de nanofibras de carbono en distintos estados de curado y tratamiento.

Para poder dar respuesta al diferente comportamiento, frente a la incorporación de las nanofibras de carbono, de los dos tratamientos de curado empleados, se realizó una caracterización termomecánica por DMTA de los diferentes materiales compuestos fabricados, así como de las resinas sin reforzar.

El principal dato a tener en cuenta son los valores de módulo de conservación (E) y de temperatura de transición vítrea (T_g) que se obtuvieron para la resina epoxi curada en las dos condiciones antes indicadas.

Así, para el curado F1 se obtuvieron valores de $E = 2.100 \text{ MPa}$ y $T_g = 179 \text{ °C}$; mientras que, para la resina sometida a un doble ciclo de curado (tratamiento F2), ambos valores se incrementan hasta un E de 2.500 MPa y una T_g de 183 °C . A partir de estos valores se deduce que sólo la resina con una curado F2 se corresponde con un estado de máximo entrecruzamiento y, por tanto, de máxima fragilidad. Por el contrario, el nivel de entrecruzamiento de la resina curada con el tratamiento F1 es inferior, lo que explica su menor rigidez y la mayor capacidad de adsorción de energía durante la fractura.

La figura 4 representa conjuntamente la evolución del módulo elástico y de la energía de fractura Charpy con la concentración de nanofibras para el curado F1, apreciándose tendencias similares en ambas propiedades. Los dos parámetros sufren un descenso inicial para luego recuperarse o incluso superar el nivel de la resina sin reforzar. Dicho comportamiento se puede explicar también a través de la variación que sufre la temperatura de transición vítrea (T_g) del material como consecuencia de la incorporación de las nanofibras de carbono (figura 5). Hasta el 1 % de contenido ensayado, se aprecia una clara disminución de la temperatura de transición vítrea que algunos autores [3] atribuyen a la adsorción superficial de los grupos reactivos del sistema epoxi-endurecedor. Dado que la T_g está relacionada directamente con el nivel de entrecruzamiento y éste con el módulo elástico del material, se puede entender que la incorporación de nanofibras disminuye el módulo elástico del material por reducción del grado de entrecruzamiento, hasta que su concentración es lo suficientemente alta como para sea apreciable su capacidad de refuerzo mecánico.

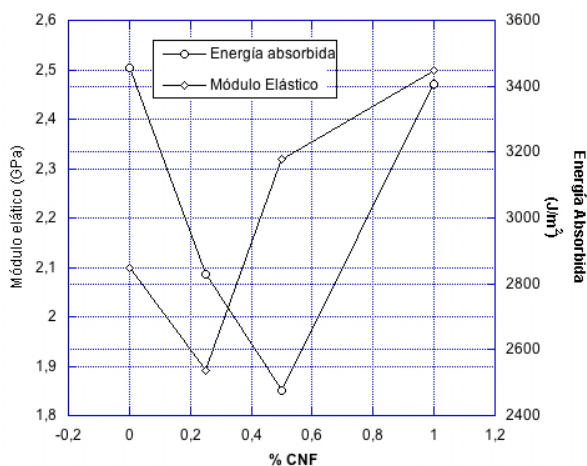


Figura 4. Evolución del módulo elástico y de la energía de fractura Charpy con la concentración de nanofibras en material compuesto con curado F1.

Respecto de las propiedades a impacto, y teniendo en cuenta lo anteriormente descrito, puede establecerse que la incorporación de nanofibras en resinas subcuradas, inhiben la plasticidad de las mismas al actuar como

puntos de concentración de tensiones, no siendo, en estas condiciones, determinantes los mecanismos de aumento de tenacidad cuya presencia activa (por ejemplo, desviación de grietas, extracción de nanofibras, etc.). Por el contrario, en resinas muy frágiles estos mecanismos incrementan de forma sensible la energía consumida durante la fractura del material. No obstante, este efecto deja de tener influencia a partir de un determinado porcentaje de refuerzo, en los que los problemas de fabricación asociado a la mala dispersión del nanoreforzo, comienzan a ser determinantes.

El segundo ciclo de curado permite, por tanto, completar tanto el entrecruzamiento de la resina no reforzada como el de la reforzada. La segunda etapa del curado transcurre a mayor temperatura de tal manera que los fenómenos de adsorción física se encuentran desfavorecidos. Por lo que parte del entrecruzante anteriormente no reaccionado por estar adsorbido, se encontraría disponible para completar el curado de la matriz.

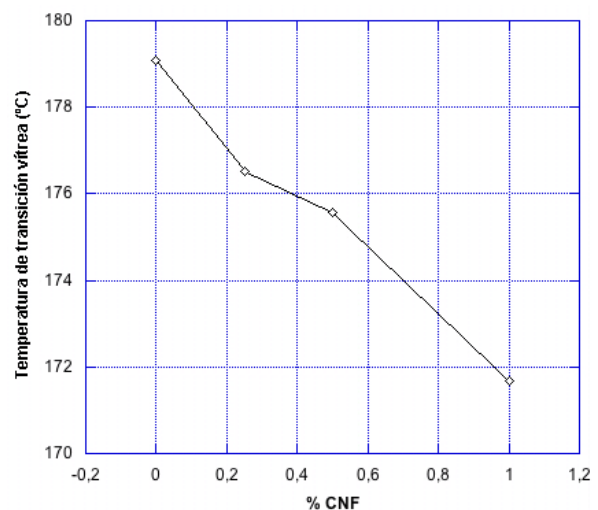


Figura 5. Evolución de la temperatura de transición vítrea con el porcentaje en nanofibra de carbono.

3.2. Fractografía

A partir de la observación, mediante microscopía electrónica de barrido, de las superficies de fractura obtenidas en los ensayos de péndulo Charpy se pudo determinar que la fractura de todos los materiales ensayados (resinas base y materiales compuestos) era básicamente la correspondiente a materiales frágiles. Sin embargo, la observación comparativa de estas fractografías permite detectar algunas diferencias respecto a la participación de ciertos mecanismos de fractura que favorecen el aumento de tenacidad, en algunos de los materiales estudiados. La figuras 6 y 7 muestran el aspecto de las regiones de iniciación de grieta (la flecha marca la dirección de avance de la

misma) para probetas de resina sin reforzar y reforzada con un 0,5 % de CNF respectivamente, con los dos ciclos de curado considerados.

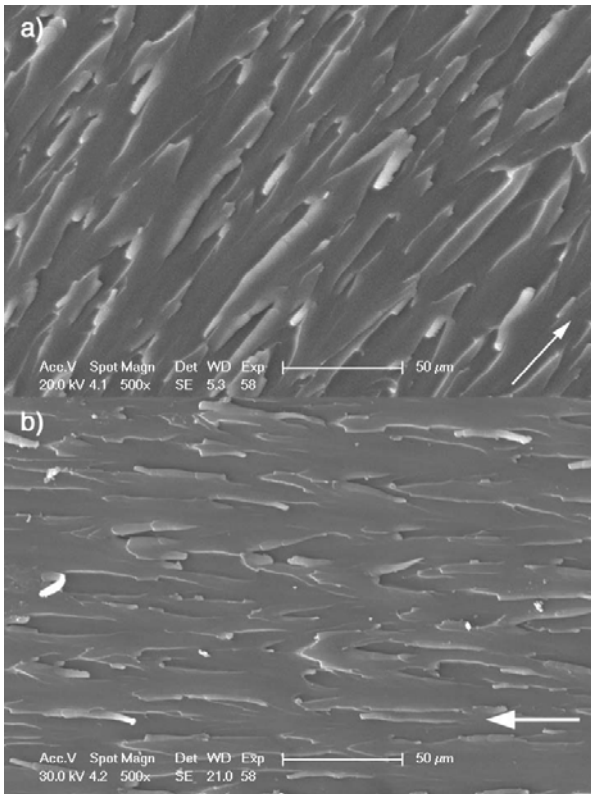


Figura 6. Región de iniciación de grieta de resina epoxi sin reforzar: a) ciclo de curado F1; b) ciclo de curado F2.

En el caso de la resina sin reforzar, para sus dos estados de curado, las superficies de fractura revela las características típicas de un fallo frágil, al ser una superficie micracópicamente lisa, lo que demuestra que la grieta ha propagando de forma ininterrumpida (Fig. 6a y b). Sin embargo, sí se aprecian pequeñas diferencias que apuntan a un mayor consumo de energía en el caso de la resina subcurada (F1) que en la sometida al doble ciclo de curado + postcurado (F2). Así, en el primero se aprecian, más marcadas y con mayor relieve, las típicas líneas de río y crestas,, lo que se corresponde con un mayor nivel de plasticidad.

Respecto a la fractura de los materiales compuestos nanoreforzados (Fig 7a y b), en ambos casos, las fractografías son muy similares, siendo mucho más rugosas que las correspondientes a las resinas no reforzadas. El incremento de rugosidad está asociado principalmente a mecanismos de desviación de la grieta, al interaccionar ésta con las nanofibras de carbono. Esto implica un aumento de la energía necesaria para la propagación de la grieta, pudiéndose activar además otros mecanismos que incrementarían aun más el consumo de energía como son los de rotura interfacial y extracción de las nanofibras. Estos mecanismos son los responsable del aumento de la energía de impacto

observada en el material compuesto con un 0,5 % de CNF curado con el ciclo F2 (Figura 7 b).

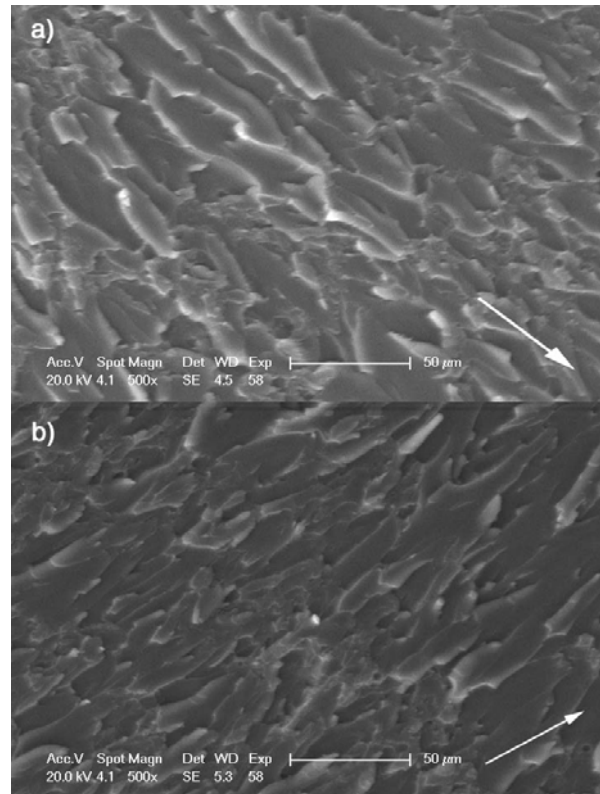


Figura 7. Región de iniciación de grieta de resina epoxi reforzada con un 0,5 % de CNF: a) ciclo de curado F1 b) ciclo de curado F2.

Aunque estos mecanismos parecen estar también presente en el material compuesto con el ciclo de curado F1 (Figura 7 a), ya que muestra una fractura algo más rugosa que la de su resina correspondiente (Figura 6 a); se observa que los otros mecanismos de fallo dúctil detectados en esta matriz más platificada (por ejemplo, desgarre dúctil), se encuentra totalmente inhibidos por la presencia del nanorefuerto. Esto explicaría la disminución de energía de impacto medida en este material, respecto a la resina no reforzada.

Por último, indicar que en la superficie de fractura de ambos materiales compuestos se aprecia regiones de acumulación de nanoreforzos, lo que demuestra una limitada capacidad en la distribución homogénea de éstos durante la fase de fabricación del material. A medida que aumenta el porcentaje de nanofibras de carbono incorporadas, especialmente para cantidades de refuerzo superiores al 0,5 %; el tamaño y proporción de estas zonas aumenta. Este defecto puede ser el principal responsable de la reducción de energía de impacto, para contenidos en refuerzo del 1%, medida en el material compuesto fabricado con la resina más frágil.

4. CONCLUSIONES

- El ciclo de curado afecta al grado de entrecruzamiento de la matriz y determina el papel que las nanofibras de carbono pueden jugar como posibles refuerzos que incrementen la tenacidad de las resinas epoxi.
- Los materiales compuestos con un ciclo de curado corto, la incorporación de nanofibras disminuye la tenacidad de la matriz, al inhibirse los mecanismos de plastificación asociados al menor grado de reticulación.
- Los materiales compuestos con un ciclo de curado largo, que proporciona matrices con un grado de entrecruzamiento mayor, aumentan su tenacidad al ser reforzadas con nanofibras de carbono, al activarse mecanismos de desviación de grieta que aumentan la superficie de fractura.
- El incremento del contenido de nanofibras por encima del 0,5 % favorece la acumulación local de la misma, reduciéndose el potencial que poseen a la hora de aumentar la tenacidad de las resinas epoxídicas frágiles.
- No se ha observado que la funcionalización de la nanofibra y, por tanto, la obtención de una unión matriz-nanofibra más resistente, aumente su capacidad a aumentar la resistencia al impacto de la matriz epoxi.

AGRADECIMIENTOS

Los autores desean agradecer a la Comunidad de Madrid (Programa ESTRUMAT-CM, ref. MAT/77) y al Ministerio de Educación y Ciencia (proyecto NANOLAMINAT, MAT2006-61178) por la ayuda concedida para la realización de la presente investigación.

REFERENCIAS

- [1] Thostenson, Erik T., Li, Chunyu., Chou, Tsu-Wei., *Nanocomposites in Context*, Composite Science and Technology 65 (2005) 491-516.
- [2] Andrews, A., Weisenberger, M.C., *Carbon nanotube polymer composites*, Current Opinion in Solid State and Materials Science 8 (2004) 31-37.
- [3] Miyagawa, Hiroaki., Drzal, Lawrence T., *Thermophysical and impact properties of epoxy nanocomposites reinforced by single-wall carbon nanotubes*, Polymer 45 (2004) 5163 - 5170.
- [4] Fideluis, J.D., Wiesel, E., Gojny, F.H., Schulte, K., Wagner, H.D., *Thermo-mechanical properties of randomly oriented carbon/epoxy nanocomposites*, Composites: Part A 36 (2005) 1555-1561
- [5] Chaos-Morán, R., Campo, M., Prolongo, S.G., Escalera M.D., Ureña, A., *Tratamiento superficial de nanofibras de carbono para su uso como refuerzo en una matriz epoxídica*, Materiales Compuestos 07. AEMAC. Valladolid (2007) 693-700.

INFLUENCIA DE UN TRATAMIENTO TÉRMICO SOBRE EL COMPORTAMIENTO A FRACTURA DEL POLI (ÁCIDO LÁCTICO)

M.Ll. Maspoch, L. Nascimento, J. Gamez-Perez, O. Santana
Centre Català del Plàstic (UPC)
C/Colom 114, 08222-Terrassa
E-mail: Maria.luisa.maspoch@upc.edu

RESUMEN

El objetivo de este trabajo ha sido intentar simular el aprovechamiento de residuos industriales de Poli (ácido láctico) (PLA) así como entender el efecto de un tratamiento térmico de recocido en el comportamiento a fractura y las propiedades mecánicas y térmicas de PLA. La simulación consistió en reprocesar granza de PLA por extrusión y posteriormente inyectar probetas de los materiales obtenidos para su caracterización. Los materiales utilizados en la inyección fueron granza virgen, granza reprocesada, y la mezcla 80% granza virgen y 20% de material reprocesado. En todas las probetas se aplicó un tratamiento térmico de recocido. El recocido tuvo como objetivo aumentar el porcentaje de cristalinidad, que se determinó mediante la técnica de calorimetría diferencial de barrido (DSC). El comportamiento a fractura se estudió a bajas velocidades de sollicitación y a temperatura ambiente, aplicando la mecánica de la fractura elástico lineal (LEFM) con probetas SENB. Este estudio ha posibilitado determinar la influencia del porcentaje de cristalinidad en el comportamiento a fractura del PLA.

ABSTRACT

The aim of this study was to simulate the use of Poly (lactic acid) (PLA) industrial waste and as well as understand the effects that annealing process produces in the fracture, mechanical and thermal properties of PLA. The simulation consisted of reprocessing PLA by successive extrusion processes and subsequent injection. The virgin PLA, reprocessed PLA, and a mixture of 80% virgin PLA and 20% of reprocessed PLA were injected. The annealing treatment was performed in all samples in order to increase the percentage of crystallinity, which was determined by differential scanning calorimetry (DSC). The fracture behaviour was studied at low deformation rates and at room temperature, using the linear elastic fracture mechanics (LEFM) with SENB samples. This study has allowed to evaluate the influence of the crystalline fraction of PLA on the fracture behaviour.

PALABRAS CLAVE: Polímeros biodegradables, tenacidad a la fractura, cristalinidad.

1. INTRODUCCIÓN

El interés en los polímeros biodegradables ha aumentado recientemente debido a las constantes preocupaciones con la preservación del medioambiente y la sustitución de polímeros de origen no renovable [1]. En este contexto, el Poli (ácido láctico) (PLA) se muestra como uno de los más atractivos candidatos dado el balance entre procesabilidad y prestaciones finales que ofrece. El PLA es un polímero biodegradable derivado del ácido láctico. Es un material altamente versátil y se hace a partir de recursos 100% renovables como el maíz, la remolacha, el trigo y otros productos ricos en almidón. El Poli (ácido láctico) exhibe muchas características que son equivalentes o incluso mejores que muchos plásticos derivados del petróleo, lo que hace el PLA adecuado para una gran variedad de aplicaciones potenciales, incluyendo usos en medicina y más recientemente en el mercado de envase y de embalaje.

Las características mecánicas, de bioabsorción, así como la velocidad de degradación son dependientes de parámetros controlables tales como composición química, peso molecular, y grado de cristalinidad. Variaciones en esos parámetros pueden cambiar

ampliamente las propiedades del PLA. Las propiedades mecánicas del PLA han sido ampliamente estudiadas; no obstante, se han hecho pocos intentos para investigar el comportamiento a la fractura del PLA [2-3]. En este trabajo se ha intentado entender el efecto del proceso de recocido en las propiedades térmicas, mecánicas y comportamiento a fractura del PLA. El proceso de recocido ha sido aplicado con el objetivo de aumentar el porcentaje de cristalinidad en las muestras. Consecuentemente ha sido posible determinar la influencia de la cristalinidad en la tenacidad así como en las propiedades térmicas y mecánicas.

2. MATERIALES Y MÉTODOS

2.1. Materiales

El grado de PLA utilizado en este estudio fue Natureworks® PLA 2002D, suministrado por la empresa NUPIK Internacional. La granza virgen fue nombrada PLA-V. Con el objetivo de simular un proceso de reciclaje primario, se procesó la granza virgen una vez en una extrusora monohusillo de la marca COLLIN modelo ZK 25. EL PLA es un polímero que puede sufrir degradación por hidrólisis, por ese

motivo debe evitarse procesarlo en presencia de humedad [4]. Para tal efecto se utilizó un deshumidificador PIOVAN (DSN506HE) a una temperatura de 80°C durante 3 horas.

El material extruido fue enfriado en un baño de agua y posteriormente graneado. Esta granza extruida fue nombrada PLA-R.

Para simular el reaprovechamiento de residuos industriales, se utilizó como base el porcentaje medio de residuos primarios generados en la industria de termoconformado. Este porcentaje está en torno al 20%, razón por la cual se decidió preparar una mezcla formada por 20% PLA-R + 80% PLA-V (figura 1).

El material extruido fue posteriormente inyectado, utilizando una inyectora de la marca MATEU&SOLÉ, modelo 440/90, con fuerza de cierre de 90T y el molde para las probetas halterio normalizadas ISO 527-2 1A. Posterior a la inyección se realizó un tratamiento de recocido que consistió en someter los materiales a una temperatura de 100°C durante 3 horas en una estufa con circulación forzada de aire. Para un polímero semicristalino, en general, la velocidad de crecimiento de cristal es mayor cuando la temperatura de recocido está cerca de la temperatura de cristalización [5]. Para este tipo específico de PLA la temperatura de cristalización se estima en 120°C [6], por lo que se seleccionó una temperatura de recocido de 100°C que resultaría en una mayor velocidad de crecimiento de los cristales.

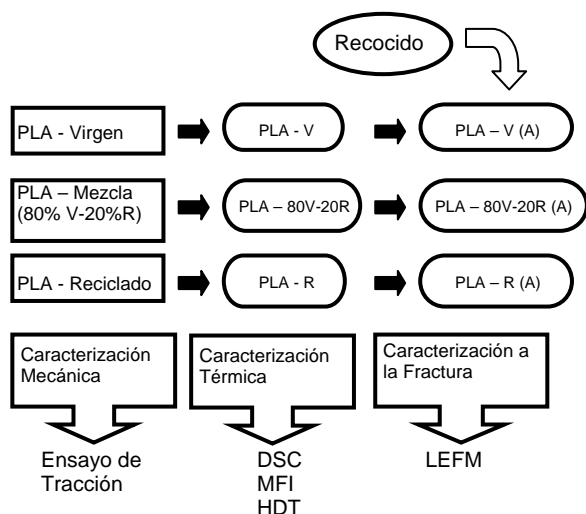


Figura 1. Esquema de materiales y caracterización.

2.2. Caracterización Térmica

El equipo utilizado para la calorimetría diferencial de barrido (DSC), fue un calorímetro Perkin Elmer Pyris 1, con un sistema de refrigeración Intracooler Perkin 2P, basado en una mezcla de glicoles. La calibración de la temperatura y de la entalpía de fusión se realizó con patrones estándar de indio y estaño. La calorimetría de los diferentes materiales se realizó sobre aproximadamente 10mg extraídos de las probetas inyectadas.

Se llevó a cabo para cada muestra 2 calentamientos y un enfriamiento controlado. El primer calentamiento fue realizado entre 30°C y 210°C con una rampa de temperaturas de 10°C/min, con el objetivo de borrar la memoria térmica del material. En seguida se procedía a un enfriamiento controlado a 10°C/min. El segundo calentamiento se realizaba utilizando las mismas temperaturas y velocidad de calentamiento del primer barrido, con el objetivo de verificar los cambios térmicos característicos del material.

A partir de los termogramas obtenidos se determinó, para cada muestra, los siguientes parámetros: la temperatura de transición vítrea (T_g), determinada en el punto de inflexión de la curva de calor específico; la temperatura de fusión (T_m), tomada como el máximo del pico endotérmico y la entalpía de fusión (ΔH_f), correspondiente al área del pico endotérmico y calculada por integración numérica.

A partir de los valores de entalpía de fusión (ΔH_f) se estimó el contenido de fase cristalina o índice de cristalinidad (X_d) mediante la siguiente expresión (1):

$$X_d = \frac{\Delta H_f}{\Delta H_o} \quad (1)$$

Donde ΔH_o es el valor teórico de la entalpía de fusión de un PLA 100% cristalino. Para el grado de PLA utilizado en este estudio el valor de ΔH_o corresponde a 93J/g [2]. Para realizar el cálculo de porcentaje de cristalinidad se utilizó el primer termograma, puesto que el tipo de PLA empleado presenta una cinética de cristalización muy lenta y no se detecta ni el pico de cristalización ni el pico de fusión de los barridos térmicos a 10°C/min. Sería necesario llevar a cabo barridos técnicos más lentos para detectar la temperatura de cristalización.

La viscosidad (o la fluidez) puede ser un indicativo del peso molecular medio correspondiente a una distribución determinada de pesos moleculares. La medida del índice de fluidez (MFI) se realizó con un plastómetro de la marca CEAST modelo 6542/002, el cual nos permite medir el índice de fluidez en base a la norma ISO 1133/2001. El MFI se determinó a partir de los diferentes materiales inyectados y triturados. Se tomaron un mínimo de 10 medidas en un intervalo de 10 minutos, que fueron promediadas para el cálculo del índice de fluidez.

La determinación de la temperatura de deflexión bajo carga para cada probeta se realizó en un equipo CEAST con una tensión de 1,8 MPa y una rampa de calentamiento de 2°C/min. La temperatura inicial fue de 23°C y se aplicó el esfuerzo de flexión según la norma ISO 75-1.

2.3. Caracterización Mecánica

La caracterización mecánica se realizó a través de ensayos de tracción. Los ensayos se llevaron a cabo siguiendo el procedimiento marcado por la norma ISO

527/1997, y con probetas halterio, del tipo 1A según la misma norma. Se ha empleado una máquina universal de ensayos GALDABINI SUN 2500 equipada con célula de carga de 25 kN, con velocidad de desplazamiento de mordazas de 10 mm/min, los ensayos se realizaron a temperatura ambiente (23 ± 2 °C).

2.4. Caracterización a la Fractura

Para la caracterización a la fractura se ha aplicado la Mecánica de la Fractura Elástico Lineal (LEFM). Se han utilizado probetas de flexión por tres puntos con geometría SENB (Single Edge Notched Bend) (fig. 2).

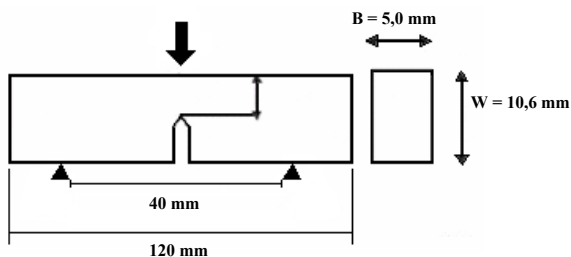


Figura 2. Esquema y dimensiones de la probeta SENB.

Las probetas empleadas, de dimensiones 10,6 x 5,0 mm, fueron mecanizadas a partir de las probetas halterio inyectadas. Se realizaron las entallas en forma de “v” (Fig. 2) de acuerdo con el protocolo ESIS [7] mediante una entalladora motorizada CEAAT. Previamente a cada ensayo, se agudizó la entalla con una cuchilla de afeitar, tal y como establecen el protocolo ESIS [7].

Los ensayos se realizaron con una máquina universal de ensayos GALDABINI con una célula de carga de 1 kN a 10mm/min. Y a temperatura ambiente (23 ± 2 °C).

K_{IC} (2) y G_{IC} (3) se han calculado a partir de las siguientes ecuaciones [7]:

$$K_{IC} = f \frac{Pc}{BW^{1/2}} \quad (2)$$

$$G_{IC} = \frac{Uc}{BW\phi} \quad (3)$$

Donde Pc y Uc son carga máxima y máxima energía respectivamente. B y W son la anchura y el espesor de las probetas, f y ϕ son los factores de corrección que vienen dados en función de a/W , donde a es el tamaño de la entalla.

3. RESULTADOS Y DISCUSIÓN

3.1 Estructura

En la figura 3, se muestran los termogramas para los diferentes tipos de material después de la inyección y antes del recocido. Como se puede observar, el PLA-V

muestra un pico endotérmico a 145°C, asociado a la fusión del PLA. El área de este pico nos permite calcular el porcentaje de cristalinidad de este material (ecuación 1), dando un valor muy bajo, 4,6% (tabla 1). El PLA-80V-20R muestra una curva muy similar al PLA-V, presentando un pico endotérmico a igual temperatura y de mayor área que el del PLA-V. El termograma de este material muestra un pico exotérmico a aproximadamente 100°C (señalado por una flecha), y que también aparece en el termograma del PLA-R.

La curva correspondiente a la muestra PLA-R, exhibe un comportamiento similar al de la mezcla pero más acentuado. El pico exotérmico que aparece en los materiales que contienen PLA-R se asocia a un fenómeno de cristalización en frío, que presentan algunos materiales cuando se encuentran por encima de su T_g [8]. Es muy probable que la presencia de esta cristalización en frío esté relacionada con el reprocesamiento. Durante el procesamiento del PLA se puede producir una cierta degradación del material, que conllevaría a una disminución de la masa molecular y por tanto de la longitud de las cadenas poliméricas. En esta situación, por encima de la T_g , las cadenas de menor longitud tienen mayor movilidad y por tanto más facilidad para incorporarse a la fase cristalina. Los resultados del índice de fluidez, que se mostraran más adelante (figura 5) confirmaran la validez de esta hipótesis.

Para los materiales que presentan cristalización en frío, la determinación del porcentaje de cristalinidad se realiza siguiendo la ecuación 4.

$$Xd = \frac{\Delta H_f}{\Delta H_o} - \frac{\Delta H_{cc}}{\Delta H_o} \quad (4)$$

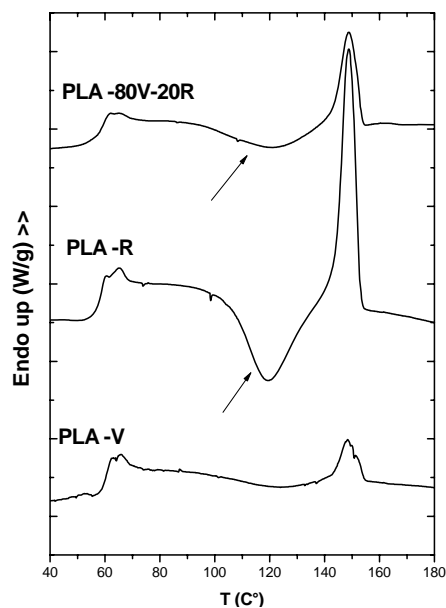


Figura 3. Termograma de las muestras virgen, reciclado y mezcla sin recocido.

Tabla 1. Resumen de las características térmicas de los materiales.

		PLA-V	PLA 80V-20R	PLA-R
Tg(°C)		59,1	59,1	55,9
Tm(°C)		147,2	141,4	139,1
%Xd	NA	4,6	5,3	5
	A	27,9	27,6	25,9
MFI (g/10min)		7,4	8,9	10,7

* NA = No recocido, A= Recocido.

De acuerdo con la ecuación 4, se calcula el porcentaje de cristalinidad en el área de la cristalización en frío y se resta este valor del porcentaje de cristalinidad del área del pico de fusión. De este modo, se obtiene el valor de cristalinidad pos-procesado del material, no tomando en cuenta la cristalización que ocurre durante el barrido térmico. En la tabla 1 se presenta un resumen de las características térmicas de los materiales.

En la figura 4 se encuentran los termogramas de las probetas recocidas. Se observa una gran diferencia frente a los de las probetas no recocidas. Los picos endotérmicos (a 145°C) muestran que los materiales poseen un porcentaje de cristalinidad superior tras el recocido, los valores se indican en la tabla 1. Se observa que tras el recocido todos los materiales aumentan su porcentaje de cristalinidad que sigue siendo parecido entre ellos. Estos resultados indican que el porcentaje total de cristalinidad del PLA es muy bajo después de la inyección, apenas varia con el reprocesado y aumenta bastante con el recocido. En los termogramas de la figura 4 se observa un doble pico de fusión a 148°C para el PLA-R. Para los materiales PLA-V y PLA-80V-20R este fenómeno se presenta menos acentuado, sólo aparece un hombro (marcado con una flecha en la figura 4). Este hecho se atribuye a la presencia de dos poblaciones cristalinas. Las curvas de enfriamiento de las probetas recocidas siguen la misma tendencia que las probetas no recocidas.

En la figura 5 se muestran los valores de MFI de los diferentes materiales inyectados y no recocidos. Podemos destacar que el PLA-V presenta un valor de MFI (7,4 g/10min.) muy próximo al especificado por el fabricante del material [6] que es de 7,0 g/10min para la granza antes de inyectar. Esto nos indica que el proceso de inyección apenas modifica el material. Sin embargo, el PLA-R, que ha sido extruido antes de ser inyectado, sí que muestra un aumento significativo del valor del índice de fluidez, que se asocia a una disminución de la masa molecular media producida por degradación. Parece que los dos procesados seguidos, extrusión e inyección, sí que pueden producir una cierta degradación al material. Este resultado confirma la hipótesis de cristalización en frío presentada anteriormente. Además el PLA-R, tras la inyección poseía un color amarillento casi transparente, lo que es otra indicación de degradación. El material PLA-80V-20R mezcla de virgen y reprocesado, presenta un valor de MFI (8,9 g/10min) que se ajusta bastante bien a la ley de las mezclas (figura 5).

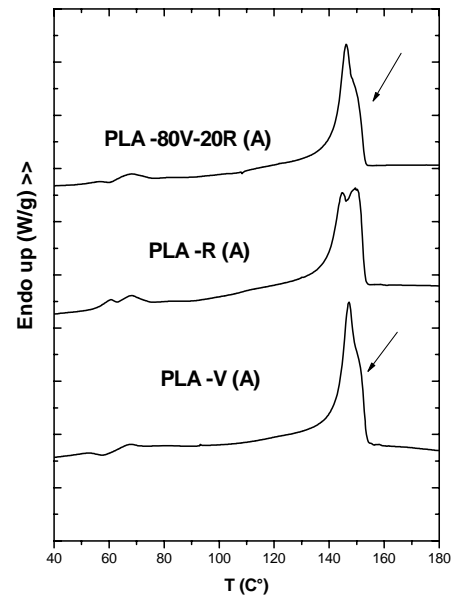


Figura 4. Termograma de las muestras tras el proceso de recocido.

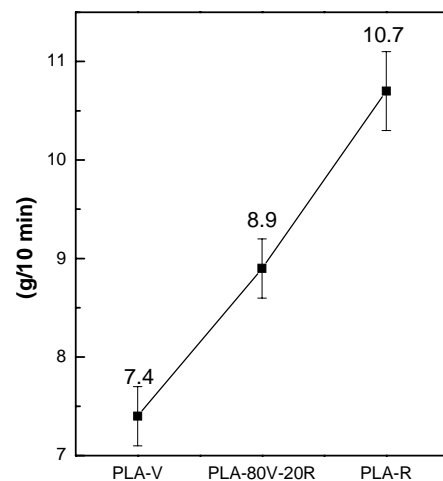


Figura 5. Resultado del MFI de los tres materiales: PLA-V, PLA-80V-20R, PLA-R.

3.2 Propiedades

En la tabla 2 se presenta un resumen de las propiedades de los diferentes materiales. La temperatura HDT de las probetas sin recocido es comparable con la del polietileno de alta densidad (HDPE) y 15°C por debajo de la del polipropileno (PP), materiales ambos utilizados en la industria del envase y embalaje.

Sin embargo se aprecia una influencia del recocido en los valores de la temperatura HDT. Las probetas recocidas presentan valores mayores debido el aumento de la cristalinidad que incrementa la resistencia a la deformación del PLA puesto que se ha restringido la movilidad de las cadenas poliméricas [3].

Tabla 2. Resumen de las propiedades de los diferentes materiales.

		PLA-V	PLA-80V-20R	PLA-R
HDT(°C)	NA	55,50	54,40	55,00
	A	64,60	62,60	62,60
E (GPa)	NA	3,7 ± 0,11	3,68 ± 0,12	3,92 ± 0,12
	A	4,07 ± 0,12	4,06 ± 0,15	4,11 ± 0,15
σ_y (MPa)	NA	65,59 ± 1,27	68,67 ± 0,99	65,17 ± 0,89
	A	75,4 ± 0,91	76,7 ± 0,79	77,0 ± 1,06
K_{IC} (MPa · m ^{1/2})	NA	3,1 ± 0,3	3,2 ± 0,3	2,9 ± 0,5
	A	3,9 ± 0,2	3,6 ± 0,2	3,7 ± 0,35
G_{IC} (KJ/m ²)	NA	5,1 ± 0,8	4,5 ± 0,8	4,7 ± 0,7
	A	7,0 ± 0,7	5,7 ± 0,4	5,3 ± 0,4

* NA = No recocido, A = Recocido.

Tanto el modulo de Young (E) como la tensión de cedencia (σ_y) presentan valores parecidos independientemente del procesado. Sin embargo las probetas recocidas muestran un aumento de estas propiedades asociado al incremento del porcentaje de cristalinidad y a la consecuente disminución de la movilidad de las cadenas.

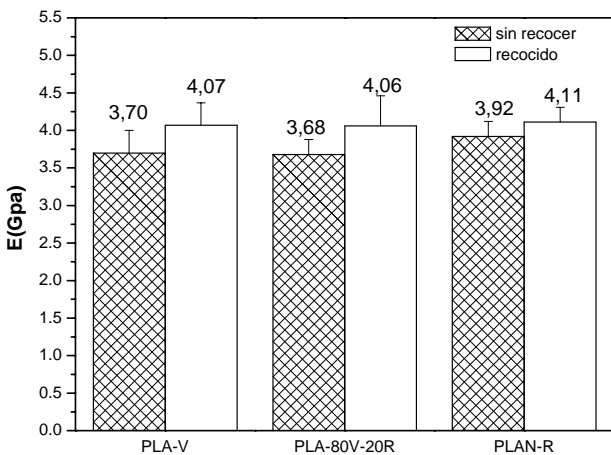


Figura 6. Gráfico comparativo del módulo de elasticidad de las probetas recocidas y sin recocer.

A continuación se presentan los resultados preliminares del estudio del comportamiento a la fractura de probetas de PLA inyectadas y en su caso recocidas. La aplicación de la mecánica de la fractura elástico lineal en las probetas antes y después del recocido tiene como objetivo entender esta relación entre comportamiento a la fractura del PLA y su porcentaje de cristalinidad.

En primer lugar se analizó el tipo de fractura y la fractura de las curvas carga desplazamiento registradas durante el ensayo de las probetas SENB. Para todos los materiales, con y sin recocido, se observa un comportamiento elástico lineal, las curvas registradas cumplen con los requisitos del protocolo ESIS [7] para el cálculo de K_{IC} y G_{IC} .

En la tabla 2 se presentan los valores de K_{IC} y G_{IC} de los distintos materiales. Con respecto a los valores de K_{IC} no se aprecian diferencias significativas con el procesado del material en cambio se detecta un aumento del valor de la tenacidad con el recocido. Este

comportamiento se resume en la figura 7, donde además se aprecia que el material reciclado presenta valores con mayor dispersión que el material virgen. Tal como se ha comentado, existen muy pocos estudios sobre la relación entre el comportamiento a fractura y la microestructura del PLA. De forma general, se ha descrito un modelo, que se presenta en la figura 8, de la variación de la tenacidad con el porcentaje de cristalinidad [9].

Analizando los resultados, se entiende que con el aumento de cristalinidad lograda con el proceso de recocido para este grado de PLA, el orden lamelar y la perfección cristalina poseen más influencia en los valores de tenacidad a la fractura que la densidad de las moléculas de enlace, como sugiere A.M. Cunha [9].

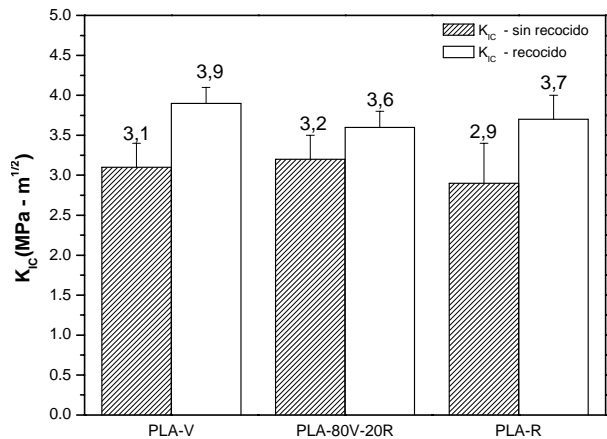


Figura 7. Gráfico comparativo de K_{IC} de las probetas recocidas y sin recocer

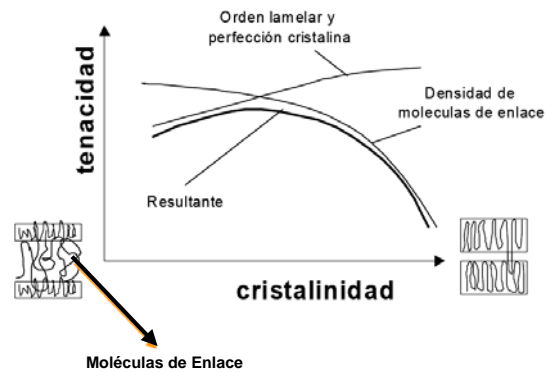


Figura 8. Modelo de la variación de la tenacidad con el porcentaje de cristalinidad. [10]

El parámetro G_{IC} (tabla 2) parece más sensible al procesamiento, el material virgen presenta valores de G_{IC} mayores que los materiales que contienen PLA reciclado. Asimismo, el recocido conlleva a un aumento del G_{IC} . Estas tendencias no creemos que queden invalidadas por la elevada dispersión de los resultados, que estamos trabajando para disminuir.

4. CONCLUSIONES

- El proceso de extrusión seguido de inyección promueve, en el grado de PLA estudiado, una cierta degradación que conlleva disminución de la longitud de las cadenas. Tal como indican los resultados de MFI y la cristalización en frío observada por DSC.
- El proceso de recocido conlleva un aumento del porcentaje de cristalinidad del PLA, independientemente del proceso anterior.
- El comportamiento a la tracción se ve afectado por el recocido, es decir por el porcentaje de cristalinidad y apenas se modifica con el procesado.
- Los parámetros de la fractura mejoran con el aumento de cristalinidad. G_{IC} parece sensible al procesado del PLA.

AGRADECIMIENTOS

Los autores desean agradecer al Ministerio de Educación y Ciencia la financiación del proyecto MAT 2007.62450.

REFERENCIAS

- [1] S.D. Park, M. Todo, K. Arakawa, "Effect of annealing on the fracture toughness of poly(lactic acid)", *Journal of Materials Science*, Vol. 39, pp. 1113 - 1116, 2004.
- [2] S.D. Park, M. Todo, K. Arakawa, M. Kogeanemaru, "Effect of crystallinity and loading-rate on mode I fracture behavior of poly(lactic acid)" *Polymer*, Vol. 47, pp. 1357-1363, 2006.
- [3] K. Arakawa, T. Mada, S.D. Park, M. Todo, "Tensile fracture behaviour of PLA", *PolymerTesting*, vol. 24, pp. 628-634, 2006.
- [4] Natureworks - Extrusion Processing Guide <http://www.natureworkslc.com/>.
- [5] WARD, I.M., Sweeney, J. "A Introduction to the Mechanical Properties of Solid Polymers" John Wiley and Sons, Ltd.
- [6] Natureworks Polymer Technical Data Sheet - <http://www.natureworkslc.com/>
- [7] D.R.Moore, A. Pavam, J.G. William, ESIS Publication 28, *Elsévier Science*, 28, pp 11-26, 2001.
- [8] I.Sicsa, T.A. Ezquerrab, A. Nogalesc, Z. Denchevd, C. Alvarezb, S.S. Funarie "Cold crystallization of poly(ethylene naphthalene-2,6-dicarboxylate) by simultaneous measurements of X-ray scattering and dielectric spectroscopy" *Polymer*, vol.44, pp. 1045-1049, 2003.
- [9] D.R.Moore A.M. Cunha, S. Fakirov, "Structure Development During Polymer Processing", First Edition, Kluwer, pag. 171- 173, 2000.

COMPORTAMIENTO A LA FRACTURA DE MATERIALES PARA LENTES OFTÁLMICAS

A.B. Martínez¹, P. Artús², J.C. Dürsteter², D. Arencón¹

¹ Centre Català del Plàstic, Universitat Politècnica de Catalunya
Calle Colom 114
08222 Terrassa. España
E-mail: antonio.martinez@upc.edu

² Departamento I+D+i, División Lentes, Industrias de Óptica S.A.U.
Calle Alcalde Barnils 72
08174 Sant Cugat del Vallés. España
E-mail: pau.artus@indo.es

RESUMEN

En el mercado mundial se encuentran fuertemente introducidos dos termoestables como materiales para lentes oftálmicas, el CR-39 y el Superfin. Se estudia el comportamiento a la fractura de estos materiales mediante la aplicación de las técnicas de la mecánica de la fractura elástico-lineal de torsión doble y de flexión por tres puntos.

ABSTRACT

In the worldwide market we found strongly positioned two thermosetting materials for ophthalmic lenses: CR-39 and Superfin. In this work, it is studied the fracture behaviour of both materials through the application of Linear Elastic Fracture Mechanics (LEFM) using two geometries: double torsion and three point bending.

PALABRAS CLAVE: LEFM, Polímeros termoestables, Lentes oftálmicas, Superfin, CR-39.

1. INTRODUCCIÓN

En 1947 Armolite Company introdujo en el mercado oftálmico la que se ha convertido en la resina de más común para la fabricación de lentes orgánicas: el CR-39 de la empresa PPG. Desde entonces, este material ha dominado el mercado mundial de lentes poliméricas y se ha ido extendiendo sustituyendo gradualmente al vidrio inorgánico como principal material para la fabricación de lentes oftálmicas. Desde el inicio, los materiales orgánicos han sido muy apreciados por su menor densidad, lo cual se traduce en gafas más ligeras, y porque tienen un comportamiento menos frágil que su correspondiente alternativa mineral, la cual puede romperse más fácilmente cuando sufre pequeños impactos.

Dependiendo de qué área geográfica analicemos, se observa una situación distinta de venta de lentes orgánicas. Por ejemplo, en países asiáticos desarrollados como el japonés, el CR-39 domina claramente el mercado pero una familia específica de materiales de alto índice de refracción basada en poli(tiouretanos) está aumentando su influencia paulatinamente hasta el punto de ya casi superar en número de piezas vendidas al estándar de PPG. Sin embargo, en Estados Unidos, a pesar que el CR-39 también domina el mercado, este

material comparte esta posición con el policarbonato, un material termoplástico de altas prestaciones mecánicas. Los mercados europeos también están fuertemente dominados por el CR-39 pero nuevos materiales de alto índice de refracción están viendo incrementadas su implantación año tras año. Por ejemplo, en 1992 Industrias de Óptica S.A. (Indo) introdujo en el mercado un material que ha terminado siendo la referencia en el Estado Español: el Superfin 1.523. Este material pertenece a la misma familia química que el CR-39 pero la mitad de su composición contiene un oligómero de poliéster aromático que incrementa su índice de refracción y modifica sus propiedades mecánicas.

Esta gran variedad de materiales, a parte de tener índices de refracción distintos, en muchos casos también se sostiene que poseen propiedades mecánicas mejoradas. Esto ha puesto de manifiesto la necesidad de disponer de nuevos métodos de ensayo que permitan realizar comparativas mejores y más rigurosas, y que permitan una estimación más realista del comportamiento de estos materiales en otras situaciones distintas de las de los ensayos.

Mientras que el comportamiento a la fractura de los materiales inorgánicos para lentes oftálmicas ha sido ampliamente estudiado, no ocurre así en el caso de los

materiales orgánicos termoestables de los que se encuentran escasas referencias [1,2].

Los termoestables son normalmente frágiles y muestran un comportamiento elástico lineal con muy poca deformación plástica por lo que cumplen los requisitos básicos de la mecánica de la fractura elástico-lineal (LEFM).

Se han utilizado distintos ensayos para evaluar el comportamiento a la fractura de estos materiales. Uno de los más utilizados y que está normalizado utiliza la geometría SENB (Single Edge Notched in Bending), mostrada en la figura 1.

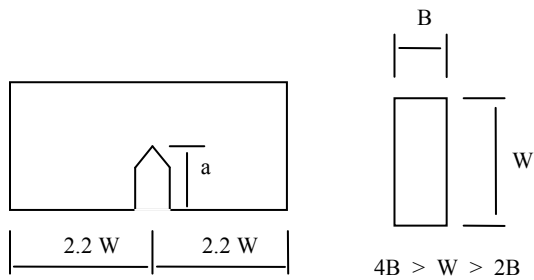


Figura 1. Geometría SENB

Sin embargo existe el método de torsión doble (figura 2), que aunque no está normalizado, presenta la ventaja que el factor de intensidad de tensión K_I es independiente de la longitud de la grieta, gracias a la linealidad de la flexibilidad de la probeta con la longitud de la grieta [3].

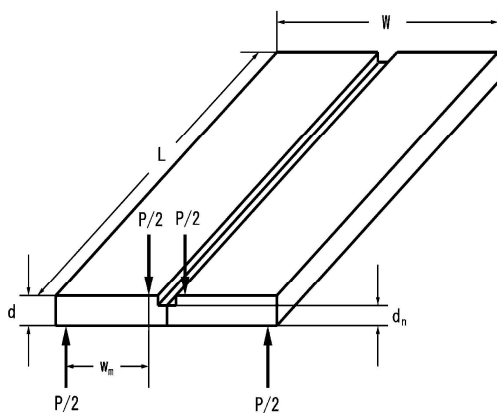


Figura 2. Geometría de torsión doble

Estudios sobre el comportamiento a la fractura de termoestables mediante la técnica de torsión doble apuntan que en estos materiales las grietas se propagan con frecuencia de una forma inestable (no continua) denominada stick-slip en contraste con los termoplásticos donde la propagación es continua y estable.

Estos dos distintos tipos de propagación se distinguen claramente en los gráficos carga vs desplazamiento, que se muestran en las figuras 3 y 4, que corresponden, respectivamente, a las propagaciones estables y a las inestables.

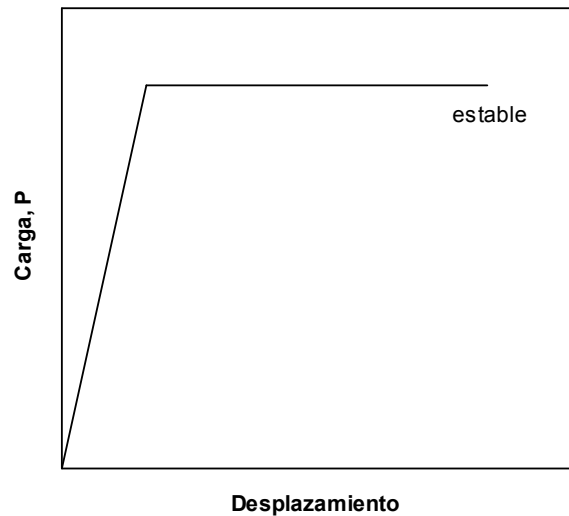


Figura 3. Propagación estable

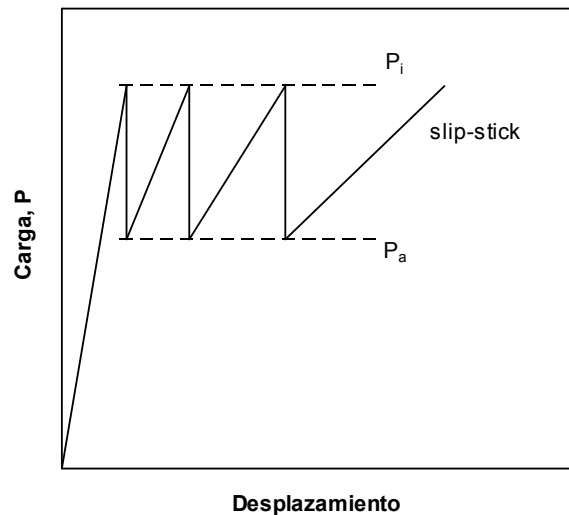


Figura 4. Propagación inestable

En el caso de propagación continua, se aumenta la carga sobre la probeta hasta que se inicia la propagación, avanzando la grieta a carga constante o lo que es lo mismo con la carga correspondiente a K_{IC} , el factor crítico de intensidad de tensión.

Cuando tenemos propagación inestable los gráficos presentan una forma característica de dientes de sierra. La propagación tiene lugar en el máximo de carga P_i , y el paro ocurre en el mínimo de carga P_a . Estas cargas corresponden a los factores críticos de intensidad de tensión para iniciación y paro, K_{ICi} y K_{ICa} , respectivamente.

Este trabajo estudia el comportamiento a la fractura de los dos termoestables, CR-39 y Superfin, ampliamente utilizados para lentes oftálmicas y también determinar que método nos permite evaluar más fácilmente los parámetros de la fractura de las preformas fabricadas.

2. DETALLES EXPERIMENTALES

2.1. Materiales

Se sintetizaron las preformas en forma de discos de 70 mm de diámetro y 6 mm de espesor por los métodos industriales habituales. Los discos de CR-39 se polimerizaron a partir de dietilenglicol bisalilcarbonato. Después de añadir un 3% en peso de peroxicarbonao de isopropilo, la mezcla se agitó durante 30 min, se filtró, y se coló en los moldes de vidrio. A continuación, se aplicó un ciclo térmico de 40 a 90 °C durante 22 h. Después de desmoldear los discos, estos se recocieron da 94 °C durante 1 h.

Los discos de Superfin se polimerizaron por un proceso industrial análogo al del CR-39 pero con la mitad de su composición conteniendo un oligómero de poliéster aromático que incrementa su índice de refracción.

2.2. Ensayos de torsión doble

Todos los ensayos mecánicos se realizaron a temperatura ambiente en una máquina universal de ensayos Galdabini equipada con una célula de carga de 1 kN.

A partir de los discos se mecanizaron las probetas tales como las mostradas en la figura 2, con dimensiones nominales de 63 x 33 x 6 mm, con un surco para guiar la grieta de 2 mm de profundidad.

La profundidad de la entalla fue de 8 mm, y tanto la entalla como el surco se agudizaron mediante una cuchilla de afeitar.

El brazo del par de torsión aplicado fue de 12.5 mm.

En este ensayo K_{IC} viene dado [4] por la expresión (1):

$$K_{IC} = P_c W_m \left(\frac{I}{d^3 d_n W (1-\nu) \Psi} \right)^{1/2} \quad (1)$$

Donde P_c es la carga, W la anchura de la probeta, W_m el brazo del par de torsión, d el espesor de la probeta, d_n el espesor en el área de propagación de la grieta, ν el coeficiente de Poisson y Ψ un factor geométrico que viene dado por la ecuación (2):

$$\Psi = 1 - 0.6302 \tau + 1.20 \tau \exp(-\pi/d) \quad (2)$$

donde $\tau = 2d/W$.

2.3. Ensayos SENB

Como resultado de los ensayos de torsión doble quedan dos semiprobetas. Estas semiprobetas fueron mecanizadas con el fin de obtener probetas prismáticas de dimensiones 63 x 12 x 6 mm que cumplen los requisitos mostrados en la figura 1 según las normas ISO-13586 o ASTM D-5049.

La distancia entre apoyos S fue de 48 mm y la velocidad de separación de mordazas de 1 mm/min.

Los valores de K_{IC} pueden calcularse mediante [5] la relación (3):

$$K_{IC} = f \frac{P}{BW^{1/2}} \quad (3)$$

siendo P la carga, B el espesor y f un factor geométrico que viene dado [4] por la expresión (4):

$$f = \frac{3}{2} \left(\frac{S}{W} \right) \frac{\sqrt{\alpha}}{(1+2\alpha)(1-\alpha)^{3/2}} G \quad (4)$$

donde $G = [1.99 - \alpha(1-\alpha)(2.15 - 3.93\alpha + 2.7\alpha^2)]$, S es la separación entre apoyos y $\alpha = a/W$ (siendo a la longitud de entalla).

Los valores de K_{IC} en deformación plana son válidos si se cumple el criterio (5):

$$B, a, (W-a) < 2.5 (K_{IC}/\sigma_y)^2 \quad (5)$$

siendo σ_y la tensión uniaxial de cedencia del material.

Como puede observarse K_{IC} es independiente de la longitud de la grieta.

Se entallaron las probetas a distintas profundidades y se agudizaron con una cuchilla de afeitar.

2.3. Ensayos de flexión

Probetas prismáticas con la misma geometría de las ensayadas con la metodología SENB, pero ahora sin entallar, fueron sometidas a ensayos de flexión a una velocidad de separación de las mordazas de 1 mm/min y una distancia entre apoyos de 58 mm.

A partir de la pendiente de las curvas carga-desplazamiento registradas, se puede calcular el módulo elástico E_f a partir de la siguiente expresión (6):

$$E_f = \frac{S^3}{4BW^3} \frac{P}{\delta} \quad (6)$$

donde δ es el desplazamiento; a partir de la carga máxima, puede obtenerse la tensión de rotura en la cara de tracción σ_f a través de la relación (7):

$$\sigma_f = \frac{3PS}{2BW^2} \quad (7)$$

Estas relaciones no tienen en consideración la influencia de la indentación en los apoyos ni tampoco la influencia de los esfuerzos cortantes.

La ecuación (7) sólo se puede aplicar en el campo elástico cuando los valores experimentales registrados de la carga vs desplazamiento siguen un comportamiento lineal.

3. RESULTADOS Y DISCUSIÓN

En las figuras 5 y 6 se presentan los valores de K_{IC} obtenidos al ensayar los materiales CR-39 y Superfin, respectivamente.

Los ensayos se efectuaron a distintas velocidades de separación de las mordazas.

El material CR-39 presenta una propagación continua y estable y K_{IC} se mantiene aproximadamente constante con la velocidad.

En el caso del Superfin se obtiene una propagación inestable. A medida que aumentamos la velocidad de deformación disminuye K_{ICi} (factor crítico de intensidad de tensión de iniciación), mientras que K_{ICa} (factor crítico de intensidad de tensión de paro) se mantiene aproximadamente constante, de forma que la inestabilidad disminuye, consiguiéndose la transición de propagación inestable a propagación estable a una velocidad de 10 mm/min.

La disminución de los valores de iniciación a medida que aumenta la velocidad de separación de las mordazas puede explicarse mediante un proceso de pérdida de agudeza de la grieta [4-7].

Cuando la tensión en el punto de avance de la grieta es superior al valor del límite elástico, el material se deforma plásticamente, causándose una pérdida de agudeza en el frente de avance de la grieta (crack tip blunting) e impidiendo su propagación.

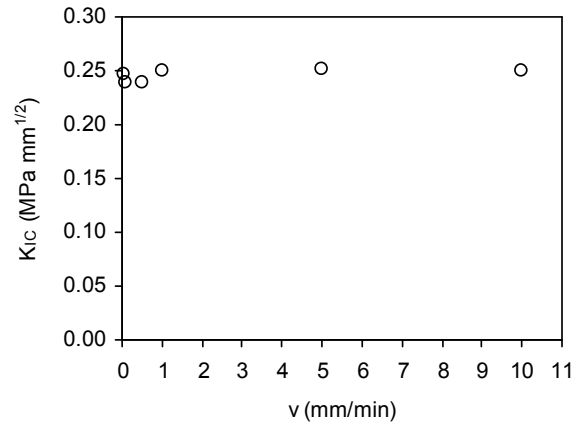


Figura 5. Torsión doble CR-39

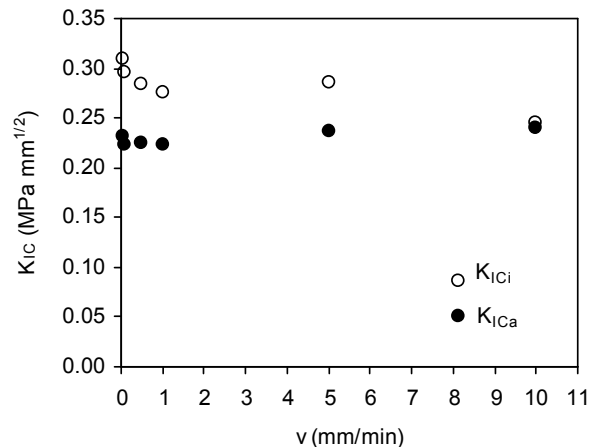


Figura 6. Torsión doble Superfin

Si se continúa aumentando la carga, aumenta la energía de deformación almacenada en la probeta debido a que no se propaga la grieta. En un momento determinado el valor de la carga es suficiente para reiniciar la propagación.

La cantidad de energía almacenada con posibilidad de liberación excede a la necesaria para una propagación casi estable o continua por lo que se propaga la grieta de forma inestable hasta una longitud tal en la que la energía de deformación almacenada es igual a la que es capaz de soportar la probeta. Este proceso repetitivo es el causante de los dientes de sierra tales como los mostrados en la figura 4.

La disminución de la inestabilidad con el aumento de la velocidad hasta llegar a la propagación estable queda explicada con el aumento del límite elástico que tiene lugar al aumentar la velocidad.

Para ambos materiales se ha empleado un coeficiente de Poisson de 0.31. Este valor se ha estimado a partir de resultados obtenidos [8]. Una variación de este valor cambiaría ligeramente los resultados pero no la tendencia general ni el comportamiento.

En las figuras 7 y 8 se presentan los resultados obtenidos con la geometría SENB para los materiales CR-39 y Superfin, respectivamente.

Si se reordena la ecuación (3) resulta la siguiente relación (8):

$$\frac{P}{BW^{1/2}} = K_{IC} \frac{l}{f} \quad (8)$$

Representando gráficamente el primer término de la igualdad en función del inverso del factor geométrico f , y ajustando linealmente los mismos, se obtiene de la pendiente de la recta de ajuste el valor de K_{IC} .

El factor geométrico f es función de la profundidad de la entalla por lo que cada material se ha ensayado con diferentes profundidades de entalla.

Puede observarse que para el CR-39 tanto el método de torsión doble como el SENB dan los mismos valores de K_{IC} , mientras que en el caso del Superfin se obtienen valores que más bien corresponden a los de iniciación si comparamos a iguales relaciones de deformación.

Los valores obtenidos del factor crítico de intensidad de tensión para ambos materiales resultan ser inferiores a los que presentan otros termoestables como las resinas epoxi y los poliésteres insaturados [4].

En los ensayos de flexión, la distancia entre apoyos que teníamos disponible, por la longitud de las probetas, era pequeña.

Estas consideraciones geométricas hicieron que los niveles de carga registrados fueran elevados lo que obligó a utilizar una célula de carga de 10 kN.

Como consecuencia de ello, al aplicar las ecuaciones (6) y (7) no se tuvieron en consideración la influencia de la indentación y los esfuerzos cortantes, por lo que los valores obtenidos son solo indicativos, resultando para el Superfin que $E_f = 2.63$ GPa y $\sigma_f = 82$ MPa, mientras que las curvas registradas para el CR-39 no eran lineales y los valores de $E_f = 1.95$ GPa y $\sigma_f = 68$ MPa están subestimados.

De todas formas, aplicando estos valores a los criterios geométricos según la ecuación (5) resulta la validez de los valores obtenidos de los factores críticos de intensidad de tensión en modo I y deformación plana.

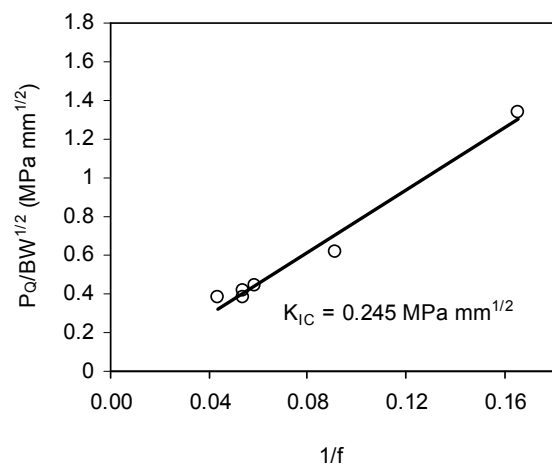


Figura 7. SENB CR-39

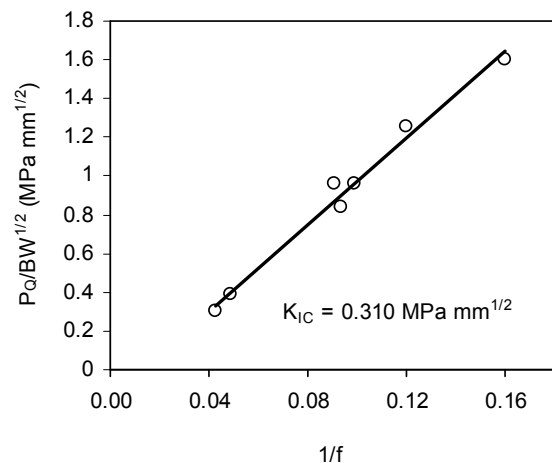


Figura 8. SENB Superfin

4. CONCLUSIONES

El método de torsión doble es muy adecuado para ser empleado en el estudio del comportamiento a la fractura de este tipo de materiales.

Ambos materiales presentan distintos tipos de propagación de grietas.

El material Superfin presenta un tipo de propagación de grieta descrito como stick-slip (o dientes de sierra) originado por un mecanismo de enroscamiento de la punta de la grieta (crack tip blunting). Por su parte el material CR-39 presenta una propagación continua.

La tenacidad a la fractura del Superfin es mayor que la del CR-39 a bajas velocidades de deformación, pero al llegar a velocidades de 10 mm/min ambas se igualan. Sin embargo estos valores se encuentran por debajo de los que presentan los vidrios cerámicos.

REFERENCIAS

- [1] McAuliffe P.I., Truss R.W. *A modified double torsion method for measuring the fracture toughness of polymeric ophthalmic lenses*; J Mat Sci Mat Med 5 (1994) 138-143.
- [2] McAuliffe P.J., Truss R.W. *Double torsion testing of prescription lenses*. J Mat Sci Mat Med 6 (1995) 630-634.
- [3] Shyan A., Lara-Curzio E. *The double torsion testing technique for determination of fracture toughness and show crack growth behaviour of materials: A review*; J Mater Sci 41 (2006) 4093-4104.
- [4] Heredia A. *Estudio de la fractura materiales compuestos por resinas de poliéster y microesferas rígidas*. Tesis Doctoral. UPC. 1987.
- [5] Williams J.G. *Fracture mechanics testing methods for polymer adhesives and composites*.ESIS publication 28, Elsevier 2001.
- [6] Bakker A. *Compatible compliance and stress intensity expressions for the standard three point bending specimen*. Int J Fatig Fract Eng Mat Struct 13 (1990) 145.
- [7] Kinloch A.J., Williams J.G., *Crack blunting mechanism in polymers*. J Mater Sci 15 (1980) 987-996.
- [8] Artús, P., Dürsteler J.C., Martínez A.B.. *Low-energy dynamic indentation method for analysis of ophthalmic materials*. Opt Vis Sci 85 (2008) 49-53.

TRABAJO ESENCIAL DE FRACTURA DE LÁMINAS DE POLICARBONATO MODIFICADO MEDIANTE EXTRUSIÓN REACTIVA CON PET

A. Al-Jabareen, S. Illescas, M. Sánchez-Soto y O. O. Santana*

Centre Català del Plàstic – Universitat Politècnica de Catalunya
c/ Colom, 114 – Edifici Vapor Universitari
08222 Terrassa. España
E-mail: orlando.santana@upc.edu

RESUMEN

Se ha evaluado el comportamiento térmico, mecánico y a fractura de mezclas PC/PET de láminas (700 μm) obtenidas mediante extrusión calandra con y sin catalizador externo. Como catalizadores se ha empleado acetyl acetate de Zn y Ca en un contenido del 0.04 % en peso respecto al total de mezcla. De acuerdo con los resultados obtenidos por DMTA y DSC, el catalizador base Zn ha mostrado mayor efectividad de modificación para las condiciones de mezclado/procesamiento empleadas. El análisis del Trabajo Esencial de Fractura (EWF) ha permitido establecer que la adición de un 20% de PET en presencia del Zn(acac) ofrece el mejor balance de parámetros, lo que puede atribuirse al grado de dispersión alcanzado y de interacción en las fases, situación que favorece, por coherencia de la fase PET, la cantidad de trabajo plástico invertido durante el proceso de deformación/fractura.

ABSTRACT

Thermal, mechanical and fracture behaviour of sheets of PC/PET blends have been evaluated. Blends were prepared with and without catalyst based on Zn and Ca in a proportion of 0.4 % by weight of total amount of blend. According to DMTA and DSC results, Zn catalyst seems to be most effective in PC modification in the used mixing/processing conditions. Essential Work of Fracture analysis has let to conclude that the addition of 20 % w/w of PET to PC with Zn catalyst offers the best balance on fracture parameters. It can be attributed to the degree of dispersion reached and interaction between phases, favouring, by PET-phase coherence, the amount of plastic work dissipated during deformation and fracture process.

PALABRAS CLAVE: Trabajo Esencial de Fractura (EWF), PC/PET, extrusión reactiva.

1. INTRODUCCIÓN

Uno de los problemas medioambientales existentes es la alta proporción de residuos provenientes del sector de plásticos. Para los que entran en el flujo de gestión integral de residuos se han desarrollado programas de revalorización destacando el reciclado mecánico, de gran interés industrial dado su simplicidad y bajo coste.

En este caso la intención es preparar una materia prima secundaria mediante el mezclado en estado de alta fluidez (plastificado o fundido) entre polímeros. El producto obtenido pueda ser empleado en la producción de piezas con nuevas aplicaciones, usualmente con prestaciones inferiores a la primaria.

Uno de los sistemas que ha tenido mayor atención son aquellos en los que los constituyentes presentan reactividad entre sí, tal como las mezclas de Polietilén tereftalato (PET) con Policarbonato de bisfenol A (PC). Estas combinan la alta resistencia a solventes que presenta el PET con la alta tenacidad y Tg del PC (140 a 150°C), siempre y cuando se asegure un buen nivel de miscibilidad y/o compatibilidad [1].

La miscibilidad entre estos polímeros ha sido un tema controversial y debatido en la literatura especializada, no obstante varios aspectos se pueden establecer:

- Estas mezclas son totalmente inmiscibles, sin embargo, cierta interacción química puede presentarse cuando el contenido de PET es alto (>60% en peso). [2,3,4]
- La miscibilidad total o parcial sólo se alcanza al promover reacciones de intercambio químico, ocasionando la modificación en mayor o menor grado tanto de la Tg respecto a los componentes individuales como reduciendo la capacidad de cristalización del PET [5, 6].
- La reacción de intercambio que mayoritariamente se presenta es la transesterificación directa entre los grupos éster (-COO-) de la cadena del PET y grupos carbonato (-OCOO-) de la cadena del PC bajo condiciones de no equilibrio [3,4].
- Pueden presentarse reacciones colaterales, asociadas a grupos inestables producto de la transesterificación que van en detrimento de las propiedades finales del producto. Entre estas se pueden citar:

Descarboxilación del grupo terminal hidrófilo del PC, liberación de etilén carbonato cíclico, degradación por pirólisis del grupo etilencarbonato formado, formación de geles, etc.

- e) El producto directo de la transesterificación es un copolímero (injerto o al azar) que presenta una alta irregularidad estructural, que actúa como agente emulsificante/compatibilizante de las fracciones sin reaccionar de los polímeros [5].

La transesterificación pueden ser promovidas por altas temperaturas de mezclado (280°C), largos períodos de procesamiento, uso de catalizadores externos e inclusive por las trazas de catalizadores empleados en la polimerización del PET. [6].

Entre los catalizadores externos que presentan mayor efectividad en la promoción de la transesterificación se encuentra el butóxido de titanio ($\text{Ti}(\text{O}i\text{Bu})_4$), no obstante son capaces de promover reacciones colaterales. Otro de los más citados son los compuestos lantánidos (. Acetato de Samario (Sm)), que si bien presentan una menor actividad que el base Ti, tienen la particularidad de no promover las reacciones colaterales. Otros sistemas empleados son los base calcio (Ca) y base zinc (Zn), que presentan una menor actividad global respecto a los anteriores. [5,7]

La mayoría de los trabajos encontrados en la literatura se han centrado en el estudio de las reacciones de transesterificación y el efecto en propiedades térmicas, siendo escasos aquellos relacionados con propiedades mecánicas y comportamiento a fractura, sobre todo para mezclas con proporción mayoritaria en PC.

El objetivo principal de este proyecto es la preparación y caracterización de mezclas PC/PET con alto contenido de PC como vía de revalorización de PC proveniente de residuos industriales “pre-consumo”, siendo el objeto de esta comunicación la evaluación comportamiento a fractura a bajas velocidades de sollicitación mediante la técnica del Trabajo Esencial de Fractura.

2. PARTE EXPERIMENTAL

2.1. Materiales y preparación de mezclas

Se ha empleado un PC de propósito general con un $MVR (300/1,2) = 21 \text{ cm}^3/10 \text{ min}$ y un PET copolímero basado en ácido isoftálico ($\approx 2,3\% \text{ mol}$) con una viscosidad intrínseca (IV) de $0,80 \text{ dl/g}$. Como catalizadores externos se han empleado dos acetil acetato: base Zn ($\text{Zn}(\text{acac}).2\text{H}_2\text{O}$) y base Calcio ($\text{Ca}(\text{acac}). 2\text{H}_2\text{O}$), ambos en polvo a temperatura ambiente y suministrados por Aldrich. Si bien estos catalizadores son los que a priori mostrarían una menor reactividad relativa, su selección adolece a la facilidad de incorporación durante el mezclado dado su estado de agregación.

El mezclado se realizó en una extrusora doble husillo

co-rotante Collin ZK-25 con $L/D = 36$ y un diámetro de husillo (D) de 35 mm . Previo al mezclado, todos los componentes fueron secados en una tolva PIOVAN T30IX durante 4 hr a 120°C . Las proporciones nominales de las mezclas así como la nomenclatura empleada se presentan en la tabla 1. En aquellos sistemas con catalizador la cantidad añadida fue de 0.04% en peso en base a la cantidad total de mezcla preparada.

El mezclado en la extrusora fue realizado a una velocidad de rotación de husillos de 130 rpm , en el caso de mezclas sin catalizador externo, y 160 rpm para aquellas con catalizador. Este aumento de velocidad se efectuó con la finalidad de minimizar las reacciones colaterales que propician degradación. El perfil térmico empleado fue ascendente desde 190°C hasta 270°C en la última zona de mezcla y cabezal. Las mezclas fueron preparadas en atmósfera inerte mediante inyección de nitrógeno y aplicando vacío en la última zona de calentamiento.

Tabla 1. Nomenclatura de los sistemas preparados

Código	% w/w PC	% w/w PET	Catalizador
PC	100	-	-
PC90	90	10	-
PC90Ca	90	10	Ca(acac)
PC90Zn	90	10	Zn(acac)
PC80	80	20	-
PC80Ca	80	20	Ca(acac)
PC80Zn	80	20	Zn(acac)

2.2. Obtención de láminas

Se utilizó una extrusora Collin Teach Line 20T-E con un $L/D = 25$ y D de 20 mm acoplada a una estación de calandra de 3 rodillos atemperados. Se empleo un cabezal con una abertura de labios de 1 mm y un ancho nominal de 95 mm . Se empleó un perfil térmico de extrusión ascendente desde 150°C hasta 270°C y una velocidad de rotación de husillo de 120 rpm . El calandrado se realizó con una apertura entre rodillos de $700 \mu\text{m}$, una temperatura de 70°C y una velocidad de rotación de 50 rpm .

Previo a esta etapa de extrusión las mezclas granceadas fueron estabilizadas añadiendo un $0,5 \%$ en peso de IRGANOX 1425 con la finalidad de detener las reacciones en esta nueva etapa de procesamiento. Paralelamente fueron sometidas a un secado en las condiciones ya citadas.

2.3. Ensayos

Comportamiento térmico:

Fue evaluado mediante Calorimetría Diferencial de Barrido (DSC, Perkin Elmer PYRIS 1) en atmósfera inerte sobre muestras (10 mg) de láminas. A partir del termograma del primer calentamiento a $10^\circ\text{C}/\text{min}$ entre 25°C y 290°C se determinaron las temperaturas características de las transiciones observadas.

mediante Análisis Termomecánico Dinámico (DMTA, TA instrument Q800) fue determinado el espectro termomecánico desde 20°C hasta 160°C, empleando la configuración de barra empotrada (Single Cantilever). Las muestras rectangulares (0,7x12,5x35 mm³) fueron extraídas de la zona central de las láminas y en la dirección del flujo de extrusión (MD). Se aplicó una velocidad de calentamiento de 2°C/min, 0,02 % de deformación) y una frecuencia de 1 Hz.

Comportamiento mecánico:

Empleando una máquina de ensayos universales GALDABINI 2500 dotada con un videoextensómetro MINTRON OS-65D, se evaluó el comportamiento a tracción siguiendo la norma ASTM D638. Las probetas fueron troqueladas a partir de la zona central de las láminas en dirección MD y de acuerdo a la geometría halterio Tipo IV. Los ensayos fueron realizados a temperatura ambiente y una velocidad de desplazamiento de bastidores de 5 mm/min. Por cada sistema fueron realizados 10 ensayos.

Comportamiento a fractura:

Se siguió protocolo de la ESIS [8] para ensayos de Trabajo Esencial de Fractura (EWF) con probetas tipo DDENT (Fig. 1). Las probetas fueron extraídas de la zona central de la en dirección MD y luego doblemente entalladas, agudizándolas con una hoja de afeitar, produciendo un radio de 0,15 µm.

La longitud real del ligamento y la altura (H) de la región externa (OPZ) a la zona del proceso de fractura (FPZ) (Fig. 1) fueron medidas usando *Microscopia Óptica de Reflectancia* tras ser ensayadas.

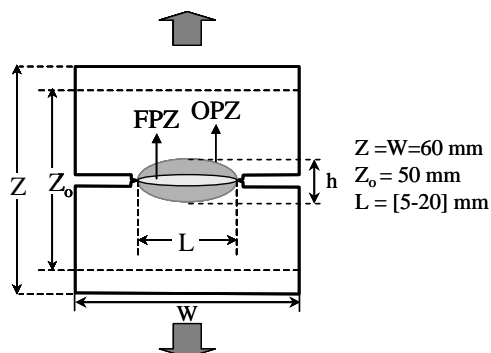


Figura 1. Esquema de la probeta DDENT empleada

Los ensayos fueron realizados a una velocidad de 10 mm/min y 23°C en una máquina de ensayos universales GALDABINI 2500, con una separación inicial entre mordazas (Z_o) de 50 mm.

Tras realizar las validaciones del “criterio de plasticidad” y similitud de las curvas carga-desplazamiento en función de L [8], se procedió a la representación gráfica del trabajo específico de fractura (w_F) vs. L . Se aplicó un ajuste lineal con una banda de confianza del 95%.

A partir del intercepto con el eje y se determinó al

trabajo esencial de fractura por unidad de área del ligamento (*término esencial*, w_e) y de la pendiente el producto del trabajo específico no-esencial por unidad de volumen (w_p) por un factor de forma (β) (*término no-esencial*, βw_p), el cual se asocia a la geometría que presenta la OPZ [9]. La determinación de β se realizó a partir de la pendiente tras el ajuste lineal del gráfico H vs. L , considerando una geometría romboidal [9].

3. RESULTADOS Y DISCUSIONES

3.1. Comportamiento térmico

En la tabla 2 se recogen las temperaturas características de las transiciones observadas mediante DSC y el valor de temperatura “pico” registrado en el módulo de pérdida (E'') mediante DMTA. En la Fig. 2 se presenta la variación de $\tan \delta$ vs. Temperatura. En todos los casos fueron observadas señales correspondientes a cada polímero empleado, poniendo de manifiesto el carácter bifásico del sistema. Se puede apreciar variaciones en la T_g de las fases en función del contenido y presencia/tipo de catalizador: aumento de la correspondiente al PET y depresión de la del PC.

Las variaciones parecen más evidentes analizando los resultados provenientes del DMTA. Esto suele ser consecuencia de la alta incertidumbre que se presenta en la señal de T_g para bajos contenidos de fase que presenta la técnica de DSC, inconveniente que a priori no adolece la técnica DMTA.

Tabla 2. Valores característicos de las transiciones térmicas observadas mediante DSC y DMTA.

Código	Tg – PET DSC/E'' (°C)	Tg – PC DSC/E'' (°C)	Tm – PET DSC (°C)
PC	-	143,3/145,8	-
PC90	77,9/82,7	141,4/144,0	239,9
PC90Ca	79,0/83,3	141,4/143,4	238,8
PC90Zn	83,7/88,1	135,0/136,0	237,0
PC80	78,9/81,8	140,9/142,7	241,8
PC80Ca	81,9/82,7	138,9/142,7	240,6
PC80Zn	81,3/85,3	137,6/139,8	237,8
PET	79,7/81,9	-	244,8

Se puede apreciar que los mayores grados de desplazamiento (disminución) en la señal de T_g se presentan en la fase correspondiente al PET: hasta un 13 % para PC90Zn vs. un 6 % en la del PC para la misma mezcla. Lo que pone de manifiesto la mayor susceptibilidad de modificación química (reactividad) que presenta el PET y que ha sido previamente reportado [10].

Otro aspecto importante a destacar es que los mayores grados de modificación se alcanzan en presencia del catalizador base Zn. Inclusive, parece haber una dependencia con la proporción de PET empleado en la mezcla.

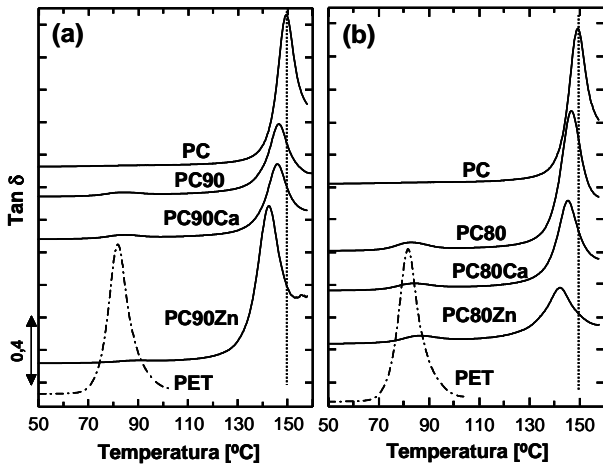


Figura 2. Variación de $\tan \delta$ vs. Temperatura

Esto último se puede atribuir a que al haber mantenida constante la proporción de catalizador, el contenido efectivo de éste sea menor a medida que aumenta el contenido de PET. Esto haría que la relación copolímero-generado/PET-no-reaccionado sea baja, por lo que la posible acción emulsificante/compatibilizante del mismo se vea disminuida a mayor proporción de PET añadida.

Paralelamente se puede observar una depresión sustancial en la temperatura del máximo señal endotérmica de fusión (T_m) de la fase PET de hasta 7°C. Esto puede ser atribuido a un efecto combinado de posibles reacciones de transesterificación y de cristalización impedida por confinamiento en gotas, efecto observado previamente en mezclas PC/PET sin catalizador [11], efecto que suele observarse en mezclas de polímeros inmiscibles cuya fase minoritaria es la de aquel capaz de cristalizar [12]. Así, estas variaciones no sean consideradas como criterio de análisis para estudiar las interacciones químicas entre las fases.

3.2. Comportamiento mecánico

Las curvas de tracción obtenidas muestran el típico comportamiento dúctil de materiales poliméricos con estabilización de cuello. De acuerdo a los resultados obtenidos (Fig. 3) el valor del *Módulo Elástico* (E) prácticamente permanece constante y similar al del PC, salvo un aumento moderado de un 7 % para los sistemas con catalizador base Zn, independientemente de la composición de la mezcla. Esto estaría relacionado con la mayor actividad que presenta este catalizador.

En cuanto a la *Tensión a la cadencia* (σ_y), independientemente de la composición de la mezcla y de la presencia o no de catalizador, todas presentaron un aumento moderado (en torno al 6 %), respecto al PC.

El parámetro que mayor variación presenta es la *Deformación a cadencia* (ϵ_y), que en todos los casos disminuye respecto al PC. Para las mezclas sin catalizador y con el Ca(acac), los valores son similares,

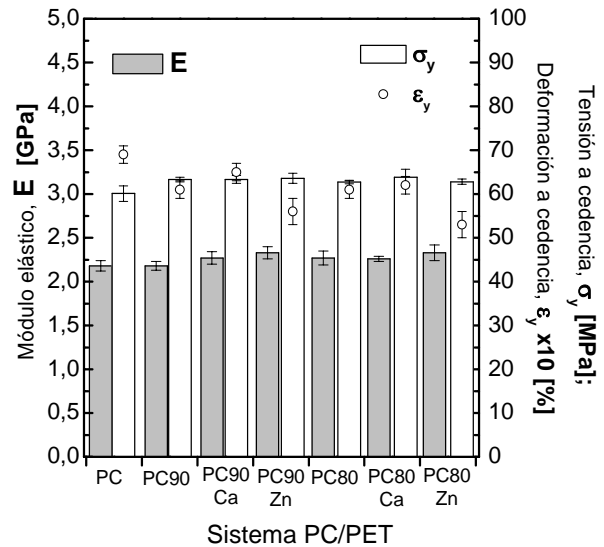


Figura 3. Valores de los parámetros mecánicos

independientemente del contenido de PET. Las mayores disminuciones (hasta un 23%) se presentan para aquellos sistemas con catalizador base Zn. Esta disminución puede atribuirse a un aumento en el número de enredos efectivos entre cadenas, lo que limitaría el estiramiento de la red molecular, iniciando el colapso plástico del sistema de forma anticipada [13].

3.2. Análisis del trabajo específico de fractura.

La Fig. 4 muestra un ejemplo de curva tensión efectiva (carga/sección de ligamento) vs desplazamiento mordaza (δ). Un análisis detallado del proceso ha permitido establecer que la grieta inicia su propagación a partir del punto (2), tras haber alcanzado la cadencia total (1) y estricción local del ligamento (región entre (1) y (2)), condición necesaria para la aplicación del análisis del trabajo esencial de fractura (EWF).

En condiciones de fractura postcadencia el mecanismo de deformación en la zona de proceso es la cadencia por cizalladura vía estiramiento de la red molecular, formad

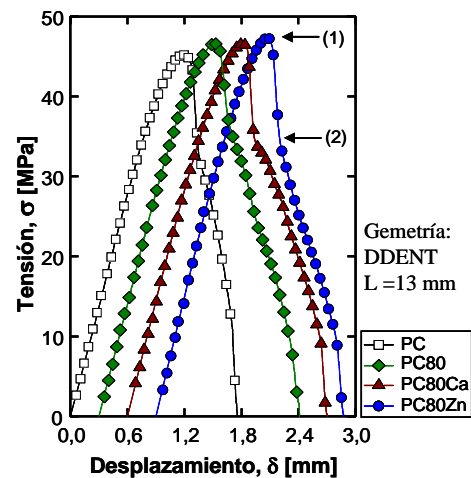


Figura 4. Curvas típicas del ensayo. Curvas desplazadas 0,3 mm entre sí.

por enredos que actúan como entrecruzamientos químicos hasta que se inicie el desenmarañamiento. Después de alcanzar la cendecia, la red inicia su estiramiento (flujo) viscoplastico hasta una extensión límite, por encima de la cual la red se ancla y deja de fluir. Después de este punto se presenta una rigidización del sistema y se inicia un proceso de deformación elástica vía estiramiento de los enlaces covalentes de la cadena enredadas hasta que se presenta la ruptura de ciertos enlaces. [14].

Los valores del término esencial (w_e) y no-esencial (βw_p) se presentan en la Fig. 5. En todos los casos el coeficiente del ajuste lineal (R^2) estuvo por encima de 0,9876 aplicando la regresión con un intervalo de confianza del 95%.

Término esencial (w_e):

Las mezclas preparadas sin catalizador externo muestran una disminución de alrededor un 25 % respecto al del PC ($15 \pm 1 \text{ kJ/m}^2$). Esto pone de manifiesto una baja interacción entre las fases presentes, cuya decohesión aceleraría el proceso de fractura.

En lo que respecta a los sistemas con catalizador externo todas muestran un incremento de un 23 % respecto al PC independientemente del contenido de PET y del tipo de catalizador empleado. Esto implicaría que el copolímero generado por la transesterificación está ejerciendo su efecto emulsificante/compatibilizante entre el PC y la fase de PET que no ha reaccionado.

Las tendencias que se observan se pueden correlacionar con la que presenta el Trabajo para inicio de flujo en frío (W_{flujo}) estimado a partir del área bajo la curva Tensión-deformación hasta el punto de propagación de cuello, que sería una medida indirecta del trabajo necesario para llevar la red de enredos hasta la situación de anclaje.

Término No-esencial (βw_p):

Todas las mezclas presentaron un incremento respecto

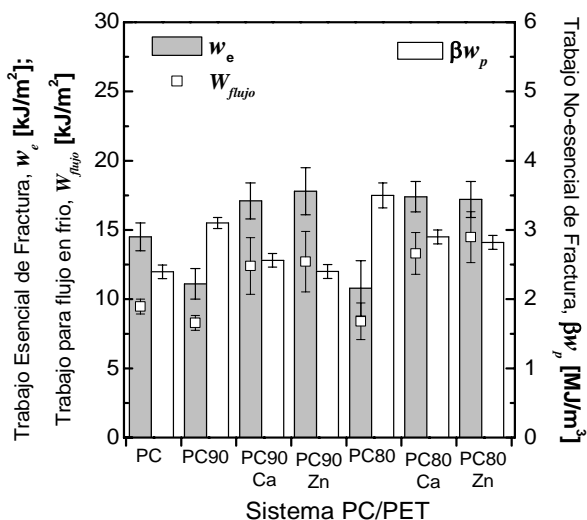


Figura 5. w_e ; βw_p y Trabajo para inicio del flujo en frío (W_{flujo}) obtenidos en los sistemas estudiados

al PC ($2,40 \pm 0,08 \text{ MJ/m}^3$), alcanzando los valores máximos para los sistemas sin catalizador: PC90 = $3,1 \pm 0,1 \text{ MJ/m}^3$ y PC80 = $3,5 \pm 0,1$. Al adicionar catalizador se promueve una disminución de este parámetro, siendo mayor para los sistemas con catalizador base Zn.

Para entender las tendencias observadas es necesario conocer tanto el factor de forma (β) como el trabajo plástico (w_p) obtenido a partir del término no esencial (Fig. 6). En lo que respecta a β se aprecia que una vez más los máximos se alcanzan para las mezclas sin catalizador (75 a 90 % de incremento respecto al PC), indicando un aumento en el tamaño de la zona exterior de proceso (OPZ) respecto al PC.

Este hecho puede atribuirse a que al existir una baja interacción entre las fases, la decohesión que se presenta promueve la cedencia por cizalladura de la matriz (PC), ampliando su zona de influencia y facilitando el proceso de deformación plástica de la región, tal y como lo indicaría la disminución observada de la deformación a cadencia (ϵ_y).

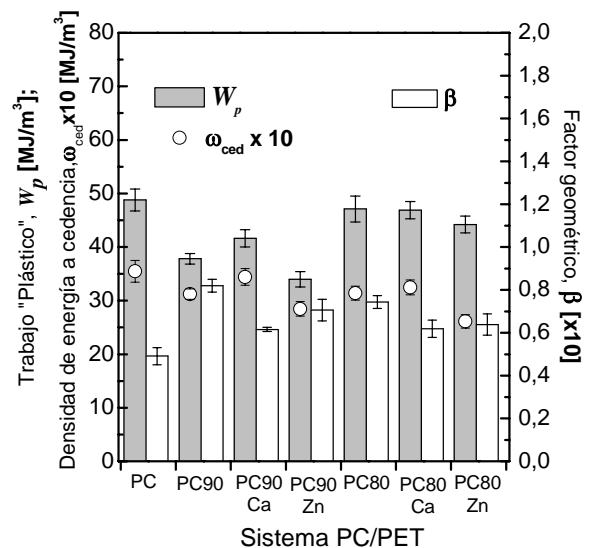


Figura 6. β ; w_p y Trabajo para inicio de cadencia (W_{ced}) obtenidos en los sistemas estudiados.

La adición de catalizador externo claramente restringe dicha zona de influencia de deformación viscoplastica de la red de enredos, al presentarse una disminución en los valores, pero siempre manteniéndose por encima del observado para el PC. Esto indicaría que los procesos de decohesión perderían importancia dada la mejor interacción entre las fases, que promueve una deformación uniforme entre las fases.

Ahora bien, si se considera las tendencias observadas en βw_p , el comportamiento observado en las mezclas con un 90 % de PET pueden ser relacionadas directamente con las variaciones observadas en β , no así para las mezclas con un 80 % de PET. En este caso habría que considerar el tamaño de partícula de la fase PET.

Con el incremento del contenido de PET cabe esperar que el tamaño de partícula generado sea superior, por lo que las características mecánicas propias de éste estarían siendo aportadas al proceso de deformación en la zona OPZ. Dicha hipótesis se sustenta al considerar los parámetros obtenidos para el PET: $w_e = 30,3 \pm 0,5$ kJ/m² y $\beta w_p = 10,1 \pm 0,7$ MJ/m³. Es así como el aumento en βw_p para estas composiciones vendría influenciada por la coherencia de esta fase, aportando principalmente un incremento del Trabajo plástico (w_p) (Fig. 6).

Finalmente, analizando los respectivos w_p y comparandolos con el Trabajo para inicio de cedencia (W_{ced}) estimado a partir de la relación $\sigma_y \cdot \epsilon_y$ (ensayos de tracción) (Fig. 6), se aprecia una excelente correlación entre ambos parámetros. Esto permite establecer que la contribución de w_p al término βw_p viene determinado principalmente por el grado de deformabilidad del sistema para iniciar su deformación plástica (cedencia) si se considera que los valores de σ_y prácticamente permanecen constante.

4. CONCLUSIONES

La adición del catalizador a base de Zn (Zn(acac)) en las condiciones de mezclado empleadas parece ser el más efectivo en la modificación del comportamiento térmico del PC.

El uso de catalizador a bajos contenidos de PET ofrece una mejora moderada en cuanto a la tensión para inicio para la deformación plástico, no obstante la deformación a la que se presenta este proceso disminuye, efecto más marcado en presencia del Zn(acac).

La adición de un 20% de PET en presencia del Zn(acac) ofrece el mejor balance en cuanto a comportamiento a fractura se refiere, ya que incrementa el w_e en un 23 % y el βw_p en un 21% respecto al PC. Esto puede atribuirse al grado de dispersión alcanzado y de interacción en las fases, situación que favorece, por coherencia de la fase PET, la cantidad de w_p disipado durante el proceso de deformación/fractura.

AGRADECIMIENTOS

Los autores desean agradecer al proyecto MAT2007-62450 por la financiación concedida. A. Al-Jabareen agrade a la AEIC la concesión de una beca pre-doctoral.

REFERENCIAS

[1] Nadkarni, V.M., and Rath, A. K., *Handbook of Thermoplastic Polyesters: Homopolymers, Copolymers, Blends, and Composites*. Wiley-VCH Verlag GmbH, Germany, 2002. Pp: 833-886.

[2] Porter RS y Wang L-H. *Compatibility and Transesterification in Binary Polymer Blends*.

Polymer, 1992; 33 (10), 2019-30.

[3] Kollodge J.S., *Bisphenol-A-Polycarbonate/Polyester Blends*, En: Salamone JC (ed.), *Polymeric Materials Encyclopedia, vol. 1 (A-B)*. Boca Raton (EE.UU.): CRC Press Inc, 1996, p. 687-99.

[4] Suzuki T, Tanaka H y Nishi T. *Miscibility and Transesterification in Bisphenol A Polycarbonate/Poly(Ethylene Terephthalate) Blends*", Polymer, 1989; 30 (7): 1287-97.

[5] Zhang GY, Ma JW, Cui BX, Luo XL y Ma DZ, *Compatibilizing Effect of Transesterification Copolymers on Bisphenol-A Polycarbonate/Poly(Ethylene Terephthalate) Blends*, Macromol. Chem. Phys., 2001; 202 (5): 604-13.

[6] Marchese P, Celli A y Fiorini M, *Influence of the Activity of Transesterification Catalysts on the Phase Behavior of PC-PET Blends*, Macromol. Chem. Phys. 2002; 203 (4): 695-704.

[7] Fiorini M, Pilati F, Berti C, Toselli M y Ignatov V, *Reactive Blending of Poly(Ethylene Terephthalate) and Bisphenol-A Polycarbonate: Effect of Various Catalysts and Mixing Time in the Extent of Exchange Reactions*. Polymer, 1997; 38 (2): 413-9.

[8] Moore DR, Pavan A y Williams JG (eds.), *Fracture Mechanics Testing Methods for Polymers, Adhesives and Composites: "Essential Work of Fracture"*. ESIS Publication 28, Holanda: Elsevier Science Ltd, 2001, p. 177-95.

[9] Karger-Kocsis J, Czigány T y Moskala EJ., *Thickness Dependence of Work of Fracture Parameters of an Amorphous Copolyester*. Polymer 1997; 38 (18): 4587-93

[10] Garcia, M., Eguiazabal, J. I., and Nazabal, J. *Effects of mixing time on phase structure and mechanical properties of poly (ethylene terephthalate)/polycarbonate blends*, J. Apply. Ploy. Sci., 200; 81: 121

[11] Molinuevo, C. H., Mendez, G. A. and Muller, A. J., *Nucleation and crystallization of PET droplets dispersed in an amorphous PC matrix*, J. Apply. Ploy. Sc., 1998; 70: 1725

[12] Santana O.O. y Müller, J.A. *Homogeneous nucleation of the dispersed crystallisable component of immiscible polymer blends*. Polym. Bull, 1994; 32: 471-477..

[13] Chen, H. y Wu, J. *Understanding the underlying physics of the essential work of fracture on the molecular level*. Macromolecules, 2007; 40: 4322-4326.

[14] Sperling L.H. *Introduction to physical polymer science, 3rd ed*. John Wiley & Sons: New Yourk, 2001.

MÉTODOS DE CARACTERIZACIÓN DEL COMPORTAMIENTO EN FRACTURA DE POLIPROPILENOS

A. Salazar, J. Rodríguez

Departamento de Ciencia e Ingeniería de Materiales, Escuela Superior de Ciencias Experimentales y Tecnología,
Universidad Rey Juan Carlos, C/ Tulipán s/n,
28933 Móstoles (Madrid), España
E-mail: alicia.salazar@urjc.es

RESUMEN

Caracterizar el comportamiento en fractura del polipropileno mediante métodos normalizados es una tarea compleja y, a veces, inviable debido a las dificultades que surgen en estos materiales con la medida óptica del tamaño de grieta. El método del parámetro de separación de carga S_{pb} permite obtener la curva J-R del material mediante el ensayo de dos únicas probetas, una fisurada y otra con entalla roma que se utiliza como referencia. En este trabajo se estudiarán en detalle algunos aspectos de este método como el criterio de iniciación, el procedimiento de calibración y el efecto de la probeta entallada de referencia. Los materiales utilizados en el estudio fueron un homopolímero de polipropileno y un copolímero en bloque de etileno-polipropileno, suministrados por REPSOL YPF.

ABSTRACT

The characterization of the fracture behaviour of polypropylenes following standard procedures is a complex task due to the difficulties encountered in the experimental measurement of the crack length. The load separation parameter S_{pb} method is capable of determining J-R curves by testing a single precracked specimen and a single blunt notched specimen. This work examines several aspects of the method, such as the initiation criterion, the calibration procedure and the influence of the blunt notched specimen used as reference. A polypropylene homopolymer and an ethylene-polypropylene block copolymer (REPSOL YPF) were analyzed.

PALABRAS CLAVE: separación de carga, curva J-R, polipropileno, copolímero etileno-polipropileno

1. INTRODUCCIÓN

La integral J es el parámetro más utilizado para determinar la tenacidad de fractura de polímeros que presentan un comportamiento elastoplástico. El valor crítico de la integral J representa la energía necesaria para iniciar la propagación de una grieta y puede obtenerse a partir de las curvas carga (P)-desplazamiento (δ) de probetas normalizadas. Cuando el material presenta una rotura estable, se puede determinar la curva de resistencia J-R, en la que se representan los valores críticos de la integral J para sucesivos aumentos del tamaño de grieta, Δa .

El método más habitual para determinar la curva J-R de materiales poliméricos es el de múltiples probetas [1]. Este método requiere un conjunto de probetas idénticas que proporcionan una serie de valores de integral J para diferentes aumentos del tamaño de grieta Δa . Todas las probetas son ensayadas interrumpiendo la carga y descargándolas antes de la rotura. Los valores de las longitudes de grieta inicial y final son obtenidas a partir de las observaciones directas realizadas sobre las superficies de fractura con ayuda de instrumentos ópticos. El problema de este método es que requiere

mucho material y tiempo para preparar las probetas y ensayarlas. Además, su eficacia y fiabilidad depende de las medidas ópticas de la extensión estable de grieta, una magnitud difícil de determinar en aquellos polímeros que presenten micromecanismos como *crazing*, cedencia por bandas de cizalla, etc. El polipropileno es, precisamente, uno de los ejemplos que se utiliza como material difícil de caracterizar en las recomendaciones de la Sociedad Europea de Integridad Estructural ESIS [2]. Por ello, se han desarrollado nuevos métodos que estiman de manera indirecta el tamaño de grieta y requieren menos tiempo y material para determinar la curva de resistencia J-R.

El método de normalización de carga utiliza una única probeta para la obtención de la curva J-R sin la necesidad de la medida directa de la extensión de grieta [3]. Está basado en el criterio de separación de carga propuesto por Ernst et al. [4], en el que la carga puede expresarse como producto de dos funciones, una que depende sólo de la geometría y otra que depende sólo de la deformación. La función geométrica es conocida para probetas normalizadas [5], mientras que para la determinación de la función de deformación se requieren tres puntos de calibración (puntos de la curva

P- δ en los se conoce simultáneamente la carga, el desplazamiento y la longitud de grieta asociada). Dos de estos puntos son fáciles de obtener, al estar relacionados con la longitud de grieta inicial y final que se determinan por observación directa de las superficies de fractura. El tercer punto es un punto intermedio con el fin de ajustar la función de deformación a una expresión potencial o una función dependiente de tres parámetros. Aunque esta metodología se ha aplicado con éxito en algunos polímeros [6], su uso más extendido en estos materiales se ha visto limitado por la dificultad en la elección del tercer punto de calibración para obtener la función de deformación y su sensibilidad al enrocamiento sufrido por la punta de la grieta [7].

Existe otra metodología basada en el ensayo de una única probeta conocida como el método del parámetro de separación de carga S_{pb} , (los subíndices p y b se corresponden con los términos en inglés *precracked* y *blunt*) que está también basado en el criterio de separación de carga [5]. Para obtener la curva J-R mediante este método se requiere el ensayo de dos únicas probetas, una probeta con entalla roma y una probeta fisurada. El parámetro S_{pb} se define como la relación entre la carga de la probeta fisurada y la probeta entallada, siendo independiente de la función de deformación. Durante el ensayo, se supone que en la probeta entallada no crece ninguna fisura y la longitud de entalla permanece estacionaria. En estas circunstancias, el parámetro S_{pb} no varía hasta que se inicia el crecimiento de grieta en la probeta fisurada. Cualquier cambio en S_{pb} es un síntoma de crecimiento estable de grieta. El análisis de este parámetro permite conocer la energía crítica asociada al inicio del crecimiento de grieta, J_{IC} , e identificar el tamaño de grieta para cada punto de la curva P- δ , conocidos dos puntos de calibración asociados a la longitud de grieta inicial y final. La gran ventaja de este método frente al de normalización es que no depende de la función de deformación y parece ser insensible al enrocamiento de la punta de la grieta [8].

El objetivo de este trabajo es analizar pormenorizadamente el método del parámetro de separación de carga S_{pb} y las posibilidades de aplicación en polímeros dúctiles, en particular, del tipo del polipropileno y copolímeros etileno-polipropileno. En estos materiales es conocida la dificultad para obtener sus curvas J-R mediante el método de múltiples probetas, debido a que el crecimiento de grieta es difícil de medir con precisión por métodos ópticos [2,9].

2. FUNDAMENTOS TEÓRICOS

2.1. Método del parámetro de separación de carga S_{pb}

En este método se asume que la carga, P, puede expresarse en función de la longitud de grieta, a, (función geométrica, g) y del desplazamiento plástico, δ_{pl} , (función deformación, H) de la siguiente manera:

$$P = g\left(\frac{a}{W}\right)H\left(\frac{\delta_{pl}}{W}\right) \quad (1)$$

siendo W el ancho de la probeta. El desplazamiento plástico se obtiene a partir de la expresión:

$$\delta_{pl} = \delta - \delta_{el} = \delta - CP \quad (2)$$

donde δ_{el} es el desplazamiento elástico y C es la flexibilidad inicial. Sharobeam y Landes [5] introdujeron el parámetro de separación S_{pb} , como la relación entre los valores de la carga de la probeta fisurada, P_p , y de la probeta con entalla roma, P_b , para un mismo nivel de desplazamiento plástico:

$$S_{pb} = \frac{P_p(a_p, \delta_{pl})}{P_b(a_b, \delta_{pl})} \bigg|_{\delta_{pl}} = \frac{g_p\left(\frac{a_p}{W}\right)H\left(\frac{\delta_{pl}}{W}\right)}{g_b\left(\frac{a_b}{W}\right)H\left(\frac{\delta_{pl}}{W}\right)} \bigg|_{\delta_{pl}} = \quad (3)$$

$$= \frac{g_p\left(\frac{a_p}{W}\right)}{g_b\left(\frac{a_b}{W}\right)} \bigg|_{\delta_{pl}} = \frac{A\left(\frac{a_p}{W}\right)^m}{A\left(\frac{a_b}{W}\right)^m} \bigg|_{\delta_{pl}} = \left(\frac{a_p}{a_b}\right)^m \bigg|_{\delta_{pl}}$$

donde a_p es la longitud de grieta de la probeta fisurada y a_b es la longitud de grieta de la probeta con entalla roma. Según esta expresión, S_{pb} depende sólo de la función geométrica y es constante mientras que no haya propagación de grieta en la probeta fisurada. El inicio de la variación de S_{pb} está relacionado con el inicio de la extensión de la grieta en la probeta fisurada. La función geométrica puede expresarse como una función potencial del tipo $A(a/W)^m$, donde A tiene el mismo valor, tanto para la probeta fisurada, como para la de entalla roma siempre y cuando tengan la misma geometría y sean del mismo material. La expresión (3) puede escribirse como:

$$a_p = a_b \left(\frac{P_p}{P_b}\right)^{1/m} = a_b (S_{pb})^{1/m} \quad (4)$$

por lo que la longitud de grieta puede ser estimada para cada punto de la curva P- δ si “m” es conocido. Para obtener “m” se necesitan dos puntos de calibración, los asociados a las longitudes de grieta inicial, a_0 , y final, a_f . Al representar S_{pb} frente a δ_{pl} obtenemos una zona en la que S_{pb} permanece constante, es decir, la longitud de grieta es la inicial al no existir propagación. El último punto de la curva P- δ corresponde a la longitud de grieta final, medida de forma directa sobre la superficie de fractura de la probeta fisurada. Aparte de estos puntos de calibración, se utiliza un tercer punto obtenido al suponer que cuando la probeta fisurada alcance una longitud de grieta igual a la de la probeta entallada, ambas soportarán la misma carga, es decir,

$$\left. \begin{array}{l} a_p = a_b \\ P_p = P_b \end{array} \right\} S_{pb} = \frac{P_p}{P_b} \bigg|_{\delta_{pl}} = \left(\frac{a_p}{a_b} \right)^m = 1 \quad (5)$$

Con estos tres puntos de calibración y tomando logaritmos a ambos lados de la expresión (4), “m” puede inferirse a partir de una regresión lineal.

Finalmente, la curva J-R (J-Δa) puede obtenerse punto a punto a partir de la curva P-δ, en los que la integral J puede aproximarse por:

$$J_0 = \frac{\eta U}{B(W - a_0)} \quad (6)$$

siendo B el espesor de la probeta, U la energía medida como el área bajo la curva P-δ, y η un factor dependiente de la geometría (η=2 para probetas de flexión, SENB, y η=2+0.522(1-a₀/W) para probetas compactas, CT). Para tener en cuenta el crecimiento de grieta, esta expresión es corregida por [10]:

$$J = J_0 \left[1 - \frac{(0.75\eta - 1)\Delta a}{W - a_0} \right] \quad (7)$$

Por último, para garantizar la validez de los resultados debe verificarse el criterio de tamaño que asegura condiciones de deformación plana:

$$B, a, W - a > 25 \frac{J}{\sigma_Y} \quad (8)$$

siendo σ_Y el límite de cedencia del material.

3. MATERIALES Y PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL

Los materiales estudiados fueron un polipropileno homopolímero, PP030, y un copolímero en bloque etileno-polipropileno, PB130 con un contenido de etileno del 9% wt., suministrados por la empresa REPSOL YPF.

Los ensayos mecánicos y de fractura se realizaron en una máquina electromecánica universal de ensayos mecánicos (MTS Alliance RF/100) en la que la fuerza se midió con un célula de carga de ± 2.5 kN. Se empleó control de posición y la velocidad de movimiento del puente fue de 1 mm/min.

Los ensayos de tracción se llevaron a cabo atendiendo a las directrices de la norma ASTM D638. Las probetas eran de tipo *halterio* con dimensiones de la zona libre entre mordazas de 4x6x33 mm.

Los ensayos de tenacidad se realizaron sobre probetas de flexión, SENB, con dimensiones de 6x18x105 mm y 6x24x105 mm para el PP030 y PB130, respectivamente. Se utilizó un dispositivo de flexión en tres puntos con una luz de cuatro veces el ancho de la probeta. La longitud de la entalla inicial en la probeta fisurada fue de 7 mm para el PP030 y 12 mm para el PB130. Con ayuda de una cuchilla se insertó una grieta afilada en el

centro de la entalla hasta conseguir una longitud final, a₀, de 7.72 mm para el PP030 y de 12.91 mm para el PB130. Las probetas con entalla roma se caracterizaron por no presentar una grieta afilada y las longitudes de entalla fueron de 9, 9.9, 10.8 y 11.7 mm para el PP030 y de 14.9 mm y 18 mm para el PB130. Con el fin de garantizar que la propagación de la grieta por desgarro dúctil fuera en el mismo plano que el de la entalla, se realizó una ranura a lo largo del ancho de las probetas SENB y a ambos lados de la misma centrada en la entalla y con una profundidad tal que la reducción total de espesor no superara el 20%.

Todos los ensayos de fractura fueron realizados a temperatura ambiente, temperatura por encima de las temperaturas de transición vítrea de los materiales.

4. RESULTADOS Y DISCUSIÓN

En este apartado se evalúa la influencia en los resultados proporcionados por el método del parámetro de separación de carga S_{pb} de tres aspectos importantes del procedimiento: la elección del punto de inicio del crecimiento estable, el efecto de la probeta entallada que se emplea como referencia y la utilización de dos o tres puntos de calibración.

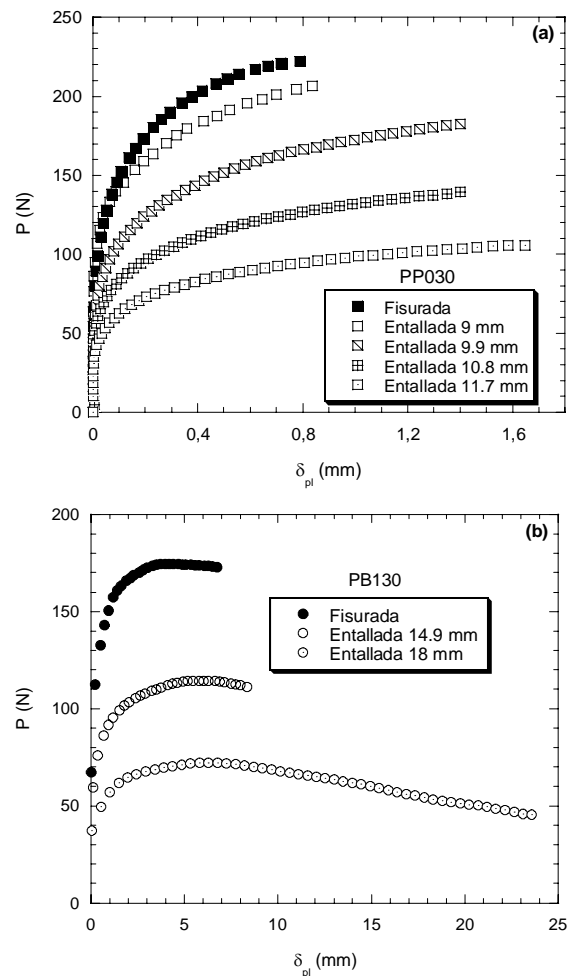


Figura 1. Curvas P-δ_{pl} para las probetas fisuradas y con entalla roma del (a) PP030 y (b) PB130

A partir de las curvas $P-\delta$, podemos obtener las curvas $P-\delta_{pl}$, en las que δ_{pl} se calcula tal y como se detalla en la ecuación (2) (Figura 1). El análisis de estas curvas muestra un comportamiento muy distinto entre el polipropileno homopolímero PP030 y el copolímero PB130. Mientras que en el primero la carga crece monótonamente con δ_{pl} (Figura 1a), en el copolímero la carga crece con δ_{pl} hasta alcanzar un máximo, tras el cual la carga decrece lo que indica que la grieta ha comenzado a crecer (Figura 1b). Este comportamiento claramente diferente se debe a que el copolímero es un material heterofásico que, además, presenta un menor grado de cristalinidad. El efecto de este factor en la iniciación de la propagación de la grieta ha sido puesto de manifiesto por Bernal et al. [11].

4.1 Elección del punto de inicio del crecimiento estable

La elección del parámetro S_{pb} asociado al inicio del crecimiento de grieta es uno de los aspectos claves del método. En principio, no existe un criterio claro para identificar este punto. A continuación se estudia cómo las posibles variaciones para determinar el valor de S_{pb} asociado a la iniciación afectan a estimación de la energía crítica, J_{IC} .

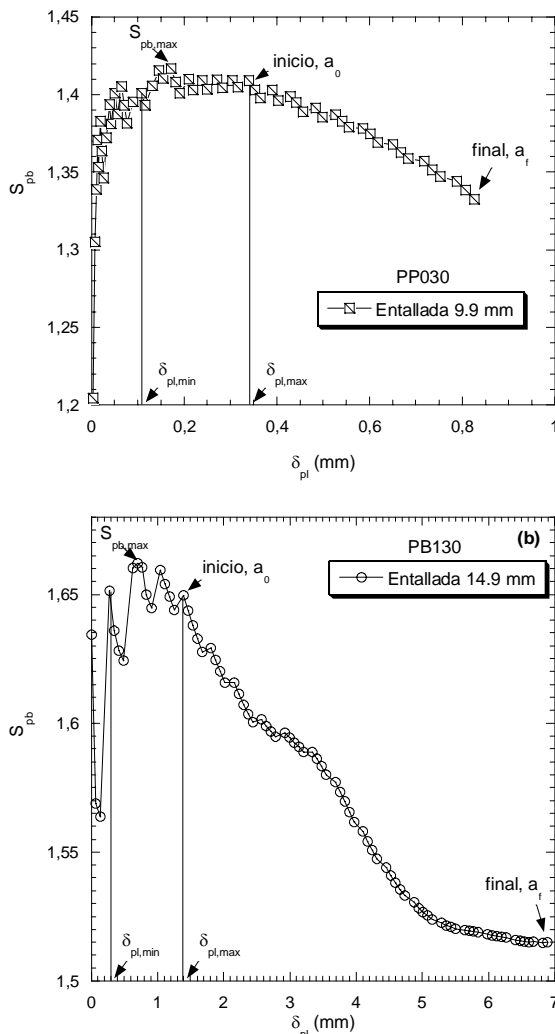


Figura 2. Curvas $S_{pb}-\delta_{pl}$ del (a) PP030 y (b) PB130

En la Figura 2 se muestra una curva característica $S_{pb}-\delta_{pl}$ para el PP030 y el PB130, obtenidas con una probeta entallada de longitud 9.9 y 14.9 mm, respectivamente. Pueden distinguirse claramente tres zonas: una primera para $\delta_{pl} < \delta_{pl,min}$, en la que S_{pb} aumentaba debido a la transición desde el régimen elástico al plástico; posteriormente, una segunda zona en la que S_{pb} es aproximadamente constante, lo que indica que la grieta permanece estacionaria en la probeta fisurada; finalmente, en la tercera región, S_{pb} comienza a disminuir como consecuencia del crecimiento de la grieta. A partir del punto de iniciación $\delta_{pl,max}$ (marcado como “inicio” en la Figura 2), se determina la energía crítica, J_{IC} .

Para determinar el valor del parámetro S_{pb} asociado al inicio de la propagación estable se ha utilizado el siguiente criterio: se ha identificado el valor máximo de S_{pb} dentro de la región aproximadamente constante de la curva $S_{pb}-\delta_{pl}$, $S_{pb,max}$, y se le ha sustraído 0.01 (Figura 2).

Una vez elegido el punto de iniciación se ha aplicado el procedimiento descrito en el apartado 2 para calcular J_{IC} . La Tabla 1 recopila los valores de J_{IC} determinados con el criterio anterior y con una variación en el parámetro S_{pb} de ± 0.01 . También se incluyen en la tabla las estimaciones de los tamaños de grieta inicial, a_0 , y final, a_f . Para poder comparar, los tamaños de grieta a_0 y a_f fueron medidos experimentalmente sobre las superficies de fractura, con valores de 7.72 y 8.20 mm para el PP030, y de 12.91 y 14.13 mm para el PB130.

Los resultados incluidos en la tabla 1 indican que el método proporciona una buena estimación de los valores de tamaño de grieta y que, además, estos no se ven alterados de manera sustancial con variaciones del parámetro S_{pb} de ± 0.01 .

Al comparar las diferencias en los tamaños de grieta estimadas con el criterio y las obtenidas al variar el parámetro S_{pb} de inicio en ± 0.01 , se observan desviaciones que no superan ± 0.02 mm. En cambio, la energía crítica J_{IC} sí se modifica considerablemente, con diferencias que pueden llegar hasta los 2 kJ/m² para el caso del PP030. Como era de esperar, al tomar un punto S_{pb} de inicio superior al definido por el criterio en $+0.01$, el valor de J_{IC} es menor puesto que δ_{pl} asociado también es menor que el definido por el criterio, por lo que el área bajo la curva $P-\delta$ necesaria para obtener J_{IC} también será menor. Lo contrario ocurre cuando el punto de inicio disminuye en -0.01 .

4.2 Efecto de la probeta entallada de referencia

Una de las hipótesis fundamentales del método es la ausencia de fisuras en la probeta entallada, para que pueda actuar como referencia y permita evaluar el crecimiento o no de la grieta en la probeta fisurada. Cualquier crecimiento de grieta experimentado por la probeta entallada se reflejará en las curvas $S_{pb}-\delta_{pl}$.

Tabla 1. Efecto de la variación del parámetro S_{pb} asociado al inicio de crecimiento de grieta en el tamaño de grieta inicial, a_0 , y final, a_f , así como en J_{IC}

	Criterio			$\Delta S_{pb} = -0.01$			$\Delta S_{pb} = +0.01$		
	a_0 (mm)	a_f (mm)	J_{IC} (kJ/m ²)	a_0 (mm)	a_f (mm)	J_{IC} (kJ/m ²)	a_0 (mm)	a_f (mm)	J_{IC} (kJ/m ²)
PP030 entalla 9 mm	7.79	8.06	7.64	7.82	8.02	6.23	7.76	8.11	5.36
PP030 entalla 9.9 mm	7.79	8.10	5.36	7.80	8.08	6.28	7.78	8.12	3.45
PP030 entalla 10.8 mm	7.84	8.02	5.31	7.86	8.02	6.70	7.84	8.04	4.87
PP030 entalla 11.7 mm	7.86	8.00	6.47	7.88	8.00	6.87	7.87	8.02	5.51
PB130 entalla 14.9 mm	13.13	13.48	10.18	13.13	13.46	10.95	13.14	13.50	8.60
PB130 entalla 18 mm	13.19	13.71	8.55	13.12	13.56	9.41	13.21	13.72	8.18

Como puede apreciarse en la Figura 2, mientras que en el PP030 S_{pb} decrece monótonamente con δ_{pl} (Figura 2a), el tramo final de la curva en el PB130 tiende a una asíntota horizontal (Figura 2b). El análisis óptico de las superficies de fractura en las probetas entalladas de los distintos materiales, rotas a posteriori en nitrógeno líquido y alta velocidad de deformación, reveló que la probeta entallada del PP030 no había sufrido crecimiento de grieta durante el ensayo pero la probeta entallada del PB130 con longitud de entalla de 14.9 mm presentó un evidente crecimiento de grieta (Figura 3), lo que se tradujo en un cambio en la parte final de la curva S_{pb} - δ_{pl} (Figura 2b).

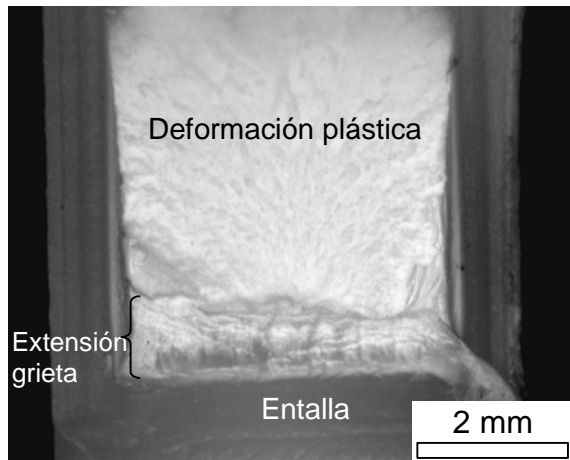


Figura 3. Superficie de fractura de la probeta entallada del PB130 con 14.9 mm de longitud

La elección de la probeta entallada de referencia es fundamental para el buen funcionamiento del método. Si las hipótesis del método se verificaran en la realidad, el resultado del ensayo debería ser independiente de la probeta entallada de referencia. Aún en el caso de que la longitud de entalla se mantenga constante, los valores de J_{IC} presentan una cierta dependencia con la geometría de la probeta entallada. En la tabla 1, se comparan resultados obtenidos con una misma probeta fisurada, pero utilizando como referencia probetas con distintas longitudes de entalla.

4.3 Efecto de los puntos de calibración

Como se ha descrito en el apartado 2, para poder determinar la curva J-R es necesario conocer el tamaño de grieta asociado a cada punto de la curva P- δ . La ecuación (4) proporciona las longitudes de grieta en función de S_{pb} si se conoce el parámetro m . En principio, se dispone de tres puntos de calibración: tamaño inicial, tamaño final y el tamaño de grieta que iguala la longitud de entalla en la probeta de referencia. En estos puntos se conoce el valor de S_{pb} y la longitud de entalla. Desafortunadamente, hay casos en los que la utilización del punto asociado al tamaño final no es viable, como sucede por ejemplo en los ensayos de impacto o cuando se generan grietas en la probeta entallada de referencia. En esas circunstancias podría realizarse la calibración sólo con dos puntos. La figura 4 muestra el efecto de utilizar o no el punto asociado al tamaño final de fisura, en el caso del PP030. Las curvas J-R se han ajustado a una función potencial del tipo:

$$J = C_1 \Delta a^{C_2} \quad (9)$$

con C_1 y C_2 constantes en las que $C_2 \leq 1$ [8].

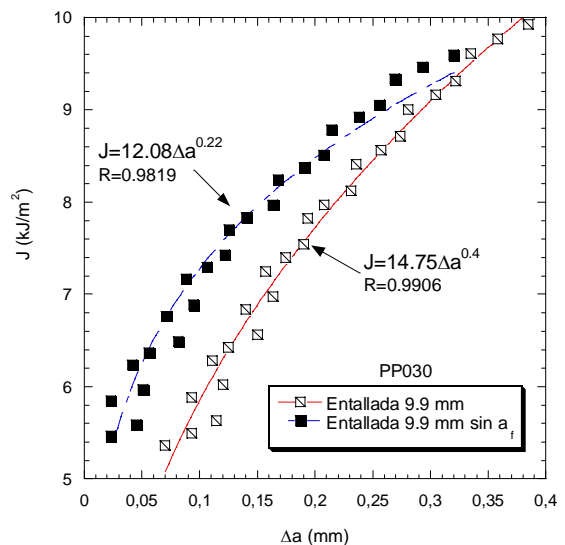


Figura 4. Curvas J-R del PP030 obtenidas con tres y dos puntos de calibración

Al comparar las curvas J-R calculadas utilizando dos o tres puntos de calibración se observa que no son coincidentes. Las curvas en las que no se ha utilizado el punto de calibración asociado al punto final de la grieta (entallada sin a_f) se encuentran desplazadas hacia la izquierda, siendo lógicamente coincidentes los tamaños iniciales de grieta medidos experimentalmente y los estimados mediante este método. Por el contrario, la dispersión en la estimación del tamaño final de grieta es mayor que en el caso de usar tres puntos de calibración. Los valores de la energía crítica de inicio de propagación de grieta, J_{IC} , no se modifican apreciablemente.

Un último aspecto que conviene reseñar es el de la aplicación del criterio de tamaño (8) empleando los límites de fluencia de 36 y 26 MPa para el PP030 y PB130, respectivamente. El resultado indica que el polipropileno homopolímero PP030 se encuentra en condiciones de deformación plana mientras que en el copolímero PB130 se encuentra en condiciones de tensión plana.

5. CONCLUSIONES

La conclusión general de este trabajo es que el método del parámetro de separación de carga S_{pb} es un procedimiento alternativo para determinar la energía de fractura de materiales poliméricos en los que dificultades experimentales impiden la utilización del método normalizado de múltiples probetas. Se ha aplicado el método a materiales de la familia del polipropileno y se han valorado los efectos en los resultados de algunos aspectos procedimentales, permitiendo extraer las siguientes conclusiones:

- El resultado de la energía crítica de fractura J_{IC} es sensible a pequeñas variaciones en el valor del parámetro S_{pb} asociado al punto de inicio de la propagación.
- El crecimiento de fisuras en la probeta entallada utilizada como referencia se traduce en curvas $S_{pb} - \delta_{pl}$ con asíntotas horizontales.
- Los valores de J_{IC} no varían de manera sustancial al emplear probetas de referencia con distinta longitud de entalla.
- Las curvas J-R se alteran si la calibración del método no utiliza el punto asociado al tamaño final de grieta.

REFERENCIAS

[1] Landes, J.D., Begley, J.A., *Test results from J-Integral studies: An attempt to establish a JIC testing procedure*, Fracture Mechanics, ASTM STP 560 pp. 170-186, 1974.

[2] Pavan, A., *Fracture mechanics testing methods for polymers, adhesives and composites*, D. R. Moore,

A. Pavan, J. G. Williams editors, Elsevier Science Ltd. and ESIS: The Netherlands, 2001.

- [3] Landes, J.D., Zhou, Z., Lee, K., Herrera, R., *Normalization method for developing J-R curves with the LMN function*, Journal of Testing and Evaluation, Vol. 19, N° 4, pp. 305-311, 1991.
- [4] Ernst, H., Paris, P.C., Rossow, M., Hutchinson, J.W., *Estimations on J-integral and tearing modulus T from a single specimen test record*, Fracture Mechanics, ASTM STP 743 pp. 478-502, 1981.
- [5] Sharobeam, M.H., Landes, J.D., *The load separation criterion and methodology in ductile fracture mechanics*, International Journal of Fracture, Vol 47, pp. 81-104, 1991.
- [6] Zhou, Z., Landes, J.D., Huang, D.D., *J-R curve calculation with the normalization method for toughened polymers*, Polymer Engineering and Science, Vol. 34, N° 2, pp. 128-134, 1994.
- [7] Morhain, C., Velasco, J.I., *Determination of J-R curve of polypropylene copolymers using the normalization method*, Journal of Materials Science, Vol. 36, pp. 1487-1499, 2001.
- [8] Bernal, C.R., Cassanelli, A.N., Frontini, P.M., *A simple method for J-R curve determination in ABS polymers*, Polymer Testign, Vol. 14, pp. 85-96, 1995.
- [9] Salazar, A., Rodríguez, S., Navarro, J.M., Ureña, A., Rodríguez, J., *Fracture toughness of controlled-rheology polypropylenes*, e-Polymers, N° 21, pp. 1-12, 2007.
- [10] *ESIS Procedure for determining the fracture behaviour of Materials*, Segundo borrador, ESIS P2-91D, Mayo 1991.
- [11] Bernal, C.R., Montemartini, P.E., Frontini, P.M., *The use of load separation criterion and normalization method in ductile fracture characterization of thermoplastic polymers*, Journal of Polymer Science: Part B: Polymer Physics, Vol. 34, pp.1869-1880, 1996.

EFFECTO DEL SECADO EN EL COMPORTAMIENTO DE LA POLIAMIDA REFORZADA CON FIBRA DE VIDRIO

S. Diego, J. A. Casado, I. A. Carrascal, J. A. Polanco y F. Gutiérrez-Solana

Departamento de Ciencia e Ingeniería del Terreno y los Materiales. Universidad de Cantabria
E.T.S. de Ingenieros de Caminos, Canales y Puertos. Avda. Los Castros s/n, 39005-Santander, España.
jose.casado@unican.es

RESUMEN

La poliamida reforzada con fibra de vidrio corta tiene carácter higroscópico, disponiendo una capacidad de absorción de agua hasta saturar en torno al 4-8%, dependiendo de la cantidad de refuerzo que incorpore. El comportamiento térmico-mecánico de la PA reforzada es fuertemente dependiente del contenido de humedad y, por lo tanto, las normativas de algunos productos de elevada responsabilidad, inyectados con este material, establecen que el control de calidad de piezas se efectúe después de haber eliminado el contenido de humedad de las mismas a una temperatura de 100°C.

En este trabajo se pone de manifiesto que el grado envejecimiento a 100 °C de una PA 6.6 con un 30% de fibra de vidrio, es dependiente del tiempo empleado para llevar a cabo la eliminación de la humedad. En este trabajo para los tiempos considerados de 0, 3, 7, 10 y 15 días, se ha encontrado que:

- Los periodos de envejecimiento contemplados no modifican la temperatura de transición vítrea del polímero (en torno a 60°C). Sin embargo, para tiempos elevados el grado de cristalinidad tiende a aumentar.
- La viscosidad de la PA aumenta con el tiempo de envejecimiento, como consecuencia de una post-condensación espontánea, lo que hace que la resistencia a la fatiga llegue a incrementarse hasta un 12%.

ABSTRACT

Short-glass-fibre reinforced polyamide has a hygroscopic behaviour, showing a water absorption capacity up to 4-8% by weight depending on the inorganic reinforcement content. The amorphous matrix area and the interphase between the polymer and fibre-glass are preferential zones where water can introduce. The thermo-mechanical behaviour of reinforced polyamide depends strongly on the humidity content. For this reason some standards of high responsibility products, injected with this material, establish that their quality control must be done after being eliminated the water content at 100°C.

This work shows that PA6.6 reinforced with 30% of short fibre glass, aging at 100 °C, depends on the time used to eliminate the humidity content. In this study for drying times of 0, 3, 7, 10 and 15 days, it has been found that:

- The considered aging times do not show any variation in the polymer glass transition temperature (which is set around 60 °C). However for the highest aging time the cristallinity degree tends to grow.
- PA viscosity increases with aging times, due to a spontaneous polymer post-condensation. This fact provides to the material a higher fatigue resistance, increasing it up to 12% for the most extreme drying condition.

PALABRAS CLAVE: PA reforzada, higroscopía, envejecimiento, temperatura de cristalización, resistencia a fatiga.

1. INTRODUCCIÓN

Algunas piezas ingenieriles estructurales conformadas con materiales de naturaleza polimérica capaces de absorber humedad, muestran diferente comportamiento dependiendo de la cantidad de agua que incorporen en su seno. El control de calidad de este tipo de piezas requiere su secado previo para eliminar uno de los factores más influyentes en la potencial variabilidad de su comportamiento.

Por otro lado, a lo largo de los últimos tiempos el concepto de sostenibilidad engloba y afecta a todos los sectores productivos. En especial a aquellos que elaboran o hacen utilización de productos cuyas características propias impiden su desintegración biológica tras su vida útil. En el ámbito de la automoción y de las infraestructuras de comunicación por vía de ferrocarril, principalmente, son muchas las piezas conformadas con polímeros higroscópicos de tipo técnico o ingenieril [1] cuya recuperación o

reciclado mecánico supone una trituración, un lavado y un secado, previo a su re-inyección. Es la etapa de secado la que puede modificar la estructura del material y alterar sus propiedades o comportamiento físico-térmico-mecánico. En este trabajo se ha evaluado el efecto de la duración del tiempo de secado de la poliamida reforzada con fibra de vidrio a 100 °C, en su posterior comportamiento, una vez inyectada en piezas aptas para el servicio.

2. MATERIAL OBJETO DE ENSAYO

El estudio se llevó a cabo empleando probetas de tracción normalizadas según la norma UNE 53.280-79, cuyo esquema se muestra en la Figura 1 [2] conformadas con poliamida 6.6 reforzada con un 30% en peso de fibra de vidrio (PA6.6-30). Presentan una sección recta constante de (4x10) mm y fueron producidas mediante la técnica de moldeo por inyección de tal modo que las fibras cortas de vidrio se orientan paralelamente al eje longitudinal de las mismas. El material Akulon® fue suministrado por la compañía DSM Engineering Plastics. Este polímero termoplástico reforzado es utilizado habitualmente en la inyección de las piezas aislantes de elevada responsabilidad mecánica.



Figura 1. Geometría probetas (longitud total 175 mm).

El grado de humedad inicial de las probetas fue del 4.25 %, característico para este tipo de poliamida y cantidad de refuerzo inorgánico considerado.

3. EXPERIMENTACIÓN Y EQUIPAMIENTO

A continuación se relacionan las propiedades de la PA6.6-30, cuya variación se evalúa al considerar los diferentes tiempos de secado o envejecimiento aplicados sobre la misma. En cada caso se detallan las características principales del equipamiento utilizado.

3.1. Caracterización física

Para determinar la capacidad de absorción de humedad se determinó la masa de las probetas con una balanza marca PRECISA, mod. 300 D, de 300 g de capacidad y 0.001 g de división de escala. La verificación del contenido de humedad se determinó usando una estufa, marca MEMMERT, modelo ULM-500.

Para obtener la viscosidad del material se empleó un viscosímetro UBBELOHDE del tipo 0b y código 37046

(catálogo Protón) con boletín de calibrado e intervalo en centistokes 1 a 5 [3].

3.2 Caracterización térmica

La determinación del grado de cristalinidad, de la temperatura de cristalización y de la temperatura de transición vítrea del polímero reforzado se realizó empleando la técnica DSC (Differential Scanning Calorimeter) con un calorímetro diferencial de barrido, modelo Setaram 131. En cada caso se obtuvieron los correspondientes diagramas tiempo-temperatura-flujo de calor.

3.3 Caracterización mecánica

Las propiedades mecánicas de la PA6.6-30 relativas a su resistencia bajo cargas dinámicas de impacto y fatiga fueron determinadas utilizando una máquina servohidráulica universal de ensayos, marca INSTRON de ± 100 kN de capacidad.

Para determinar las propiedades del material en condiciones dinámicas de impacto se aplicó sobre las probetas un desplazamiento instantáneo del actuador de la máquina de ensayos de 10 mm, suficiente para provocar su rotura.

Para la caracterización en fatiga, se realizó el ensayo acelerado Locati [4-5], que consiste en aplicar una fuerza máxima escalonada y creciente ($P_{i_{max}}$) a partir de un valor inferior al límite de fatiga, durante un número constante de ciclos a una frecuencia determinada. En este estudio se aplicaron bloques de ondas senoidales de 20.000 ciclos a la frecuencia de 5 Hz. La carga mínima (P_{min}) se mantuvo constante en todos los ensayos e igual a 0,5 kN. La carga máxima se incrementó en 0,25 kN para cada escalón de carga desde el valor inicial de 2,5 kN. La Figura 2 indica, esquemáticamente, cómo varía la fuerza aplicada en cada escalón o bloque de carga. La prueba se lleva a cabo hasta obtener la rotura de las probetas.

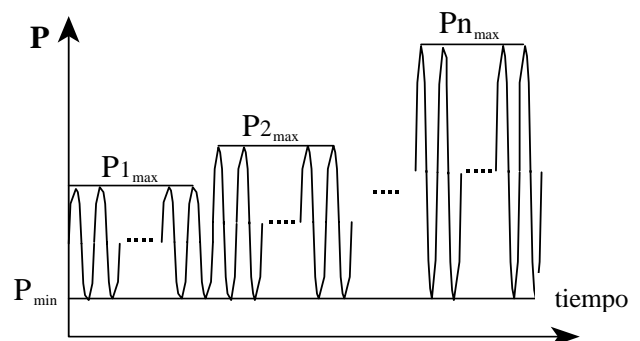


Figura 2. Prueba Locati de fatiga escalonada.

Esta prueba se presenta como alternativa a la curva de Wöhler, para estimar con un único ensayo, el límite de

fatiga o endurencia del material en estudio. La Tabla 1 muestra los parámetros empleados en el ensayo. En la misma se indica el número del escalón de carga, el intervalo de ciclos y la fuerza máxima (P_{\max}) aplicada.

Tabla 1: Parámetros empleados en el ensayo Locati

Escalón	ciclos ($\cdot 10^3$)	P_{\max} (kN)
1	0-20	2.5
2	20-40	2.75
3	40-60	3
4	60-80	3.25
5	80-100	3.5
6	100-120	3.75
...

En todos los casos los tiempos de envejecimiento o de secado considerados son los siguientes: secado de 3 días (condición 3), secado de 7 días (7), secado de 10 días (10) y secado de 15 días (15).

4. RESULTADOS Y ANÁLISIS

A continuación se presentan los resultados obtenidos en los ensayos de caracterización realizados sobre el material compuesto y su discusión.

4.1. Caracterización física

4.1.1. Absorción de humedad

En el diagrama de la Figura 3 se aprecia que el material presenta una tendencia a absorber menos humedad cuanto mayor es el tiempo de envejecimiento, si bien, la saturación de agua a 50°C para todos los tiempos de envejecimiento se sitúa en torno al 6%, para inmersiones en baño termostático prolongadas.

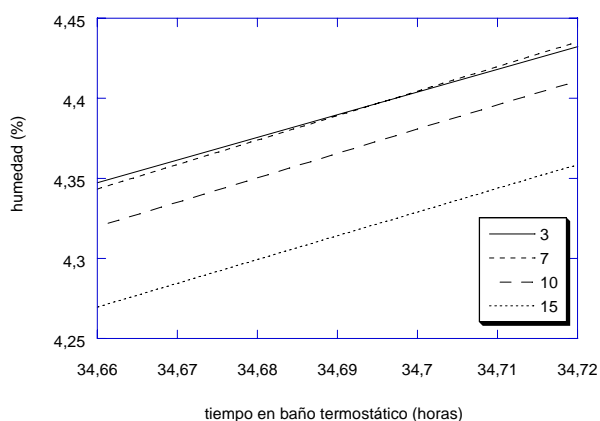


Figura 3. Absorción de agua

4.1.2. Viscosidad

En el diagrama de la Figura 4 se aprecia que el material incrementa su viscosidad linealmente con el tiempo de

secado. El fenómeno se asocia a una post-condensación espontánea del polímero [6-9] que hace incrementar el tamaño de sus cadenas macromoleculares y, por lo tanto, su peso molecular. Este hecho se constata por la mayor resistencia del material a fluir por el capilar del viscosímetro que define su número de viscosidad.

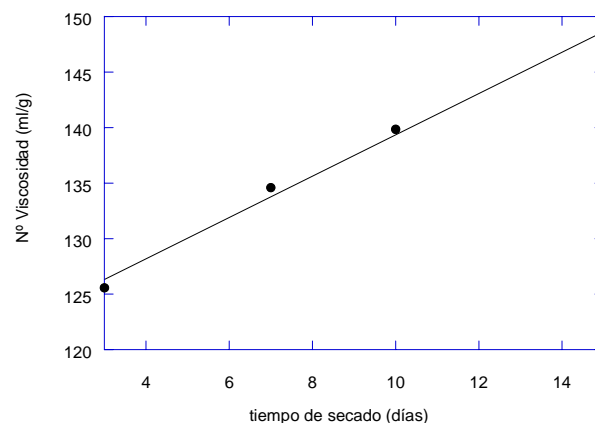


Figura 4. Viscosidad

4.2. Caracterización térmica

En la Figura 5 se representa el diagrama térmico característico a partir del cual, para cada condición de envejecimiento, se evalúa la temperatura de transición vítrea (T_g).

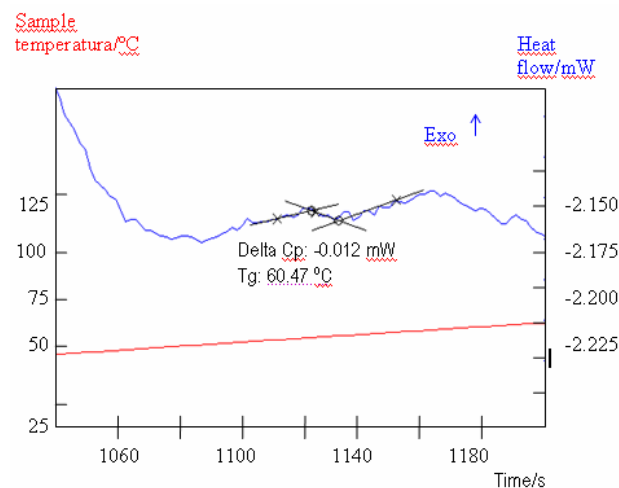


Figura 5. Diagrama DSC. Cálculo T_g

En la Figura 6 se representa el diagrama DSC característico a partir del cual, para cada condición de envejecimiento, se evalúa el grado de cristalinidad, medido durante el proceso de calentamiento, y asociado tanto al proceso exotérmico de la cristalización en frío, como al fenómeno endotérmico correspondiente a la fusión.

Los ensayos realizados revelan que el envejecimiento del material no produce alteraciones significativas en su

temperatura de transición vítrea (T_G), establecida en torno a los 60°C. Asimismo, el valor del punto de fusión permanece invariable, alrededor de los 260°C.

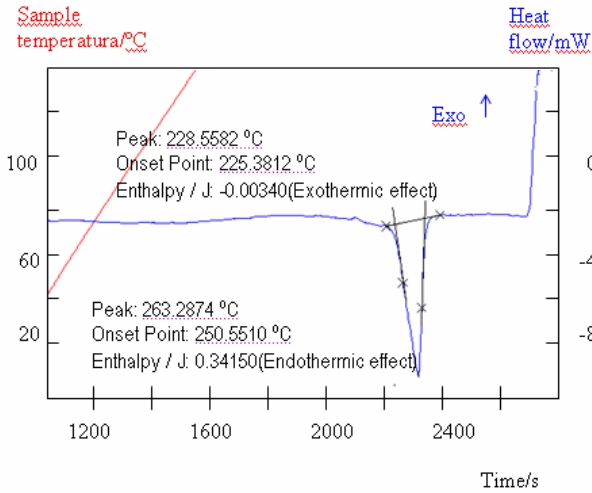


Figura 6. Diagrama DSC. Cálculo % Cristalización.

Los resultados de cristalinidad (porcentaje y temperatura de cristalización, T_C) obtenidos se muestran en el diagrama de la Figura 7. Se aprecia que para envejecimientos de hasta 10 días, el porcentaje de cristalinidad tiende a disminuir linealmente, mientras que la temperatura de cristalización lo hace en sentido contrario. Sin embargo, estas tendencias se truncan para tiempos de envejecimiento mayores. Para estas últimas condiciones, el grado de cristalinidad comienza a aumentar y la temperatura de cristalización disminuye. Ericsson [10] solo verificó aumentos del grado de cristalinidad para una PA 6.6 sin reforzar bajo tiempos de envejecimiento superiores (a partir de 2000 horas) y para temperaturas de secado más elevadas (140°C). Esta modificación estructural interna del material, sin duda, pudiera afectar a su comportamiento mecánico posterior.

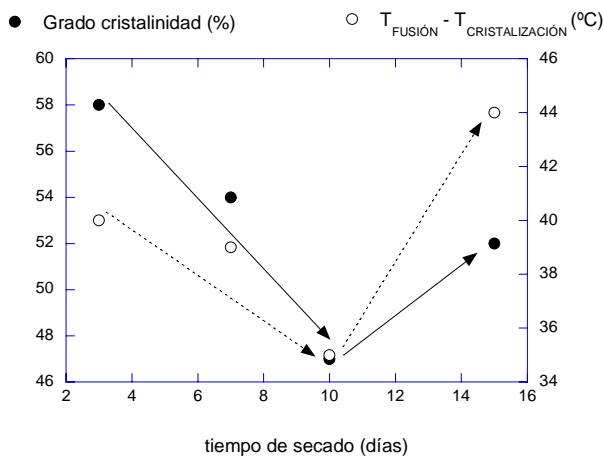


Figura 7 Grado y temperatura de cristalinidad.

Por otro lado, la disminución de la temperatura de cristalización, representada en la Figura 8, podría alterar las condiciones de procesamiento del material, si su destino fuera el reciclaje, puesto que, en este caso, el moldeo por inyección requiere de un calentamiento hasta una temperatura de transformación elevada determinada, que establece una fluidez o movilidad de cadenas macromoleculares definida y ajustada.

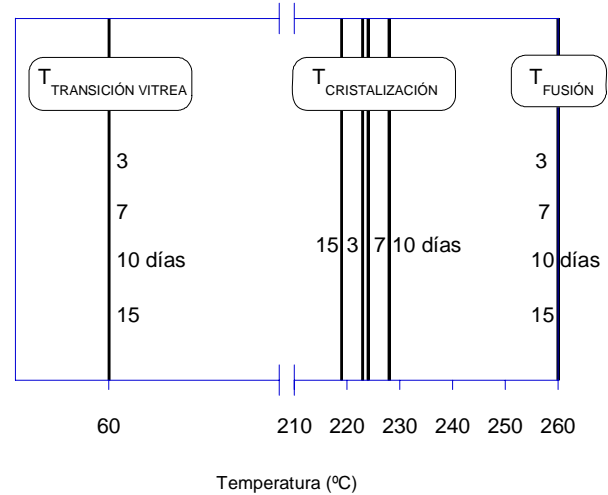


Figura 8 Variación de T_C .

4.3. Caracterización mecánica

Los ensayos de impacto en tracción realizados muestran que las probetas húmedas (0 días de secado) son más deformables que las que han sufrido un proceso de secado, aunque su resistencia dinámica disminuye notablemente. Por el contrario, las probetas secas son más rígidas y presentan una menor deformabilidad y mayor resistencia, sin poder apreciarse diferencias acusadas entre cada condición de secado. Estos resultados se plasman el gráfico de la Figura 9.

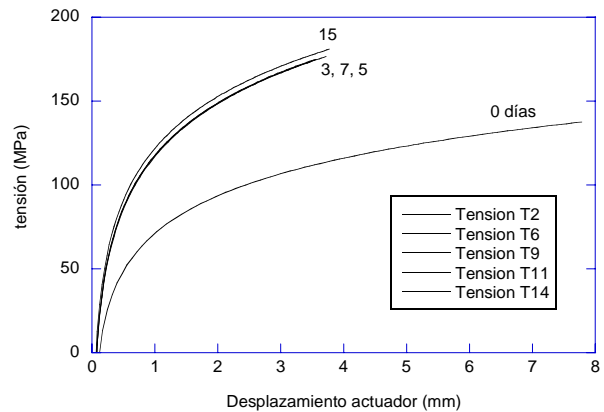


Figura 9. Impacto en tracción.

Se representa en la gráfica de la Figura 10 la energía medida para cada probeta ensayada en el instante de la rotura. Se refleja una ligera tendencia al aumento de

energía absorbida por el material conforme se prolonga el tiempo de su secado.

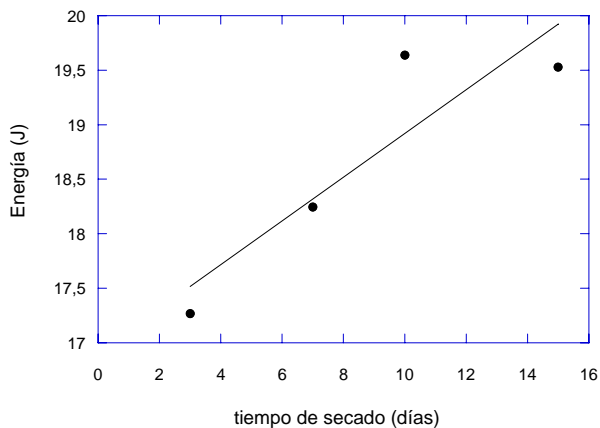


Figura 10. Energía en rotura bajo impacto en tracción.

Tras la realización del ensayo Locati de fatiga acelerada sobre las probetas tratadas bajo condiciones de secado extremas (3 y 15 días), se obtienen los resultados del gráfico de la Figura 11 que muestra la envolvente de las ondas del alargamiento máximo experimentado por las probetas, así como la derivada de este parámetro frente al número de ciclos aplicado.

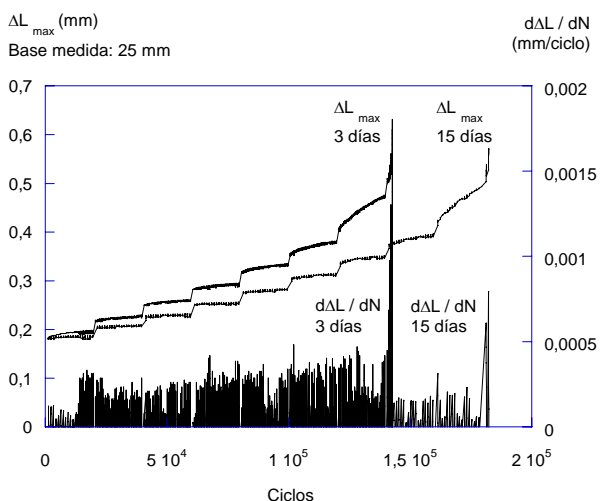


Figura 11. Prueba Locati.

Se observa que la deformación crece lentamente a medida que aumenta el número de ciclos y la carga aplicada en cada escalón. Sin embargo, se advierte que a partir de un nivel de esfuerzos la curva de deformación crece de forma acusada, denotada por el crecimiento de la velocidad de deformación medida. Bajo este nivel de esfuerzos, denominado escalón crítico, la probeta presenta síntomas de inestabilidad, acompañado por un incremento térmico que rebasa la T_G del material. A este nivel se le asocia el límite de fatiga o endurancia de material [11] bajo las condiciones de ensayo establecidas ($\Delta\sigma_e$).

Para las probetas con 3 días de secado, el escalón crítico es el séptimo ($P_{m\acute{a}x} = 4$ kN) y aunque el de rotura sea el octavo ($P_{m\acute{a}x} = 4,25$ kN), se considera que el límite de

fatiga sea el correspondiente al anterior, es decir, 87,5 MPa. En el caso de las probetas de 15 días, el escalón crítico es el noveno ($P_{m\acute{a}x} = 4,5$ kN) y el de rotura el décimo ($P_{m\acute{a}x} = 4,75$ kN), por lo tanto su límite de fatiga, atendiendo al mismo criterio, es de 100 MPa.

Para definir este nivel se puede emplear también el parámetro de la rigidez que se define como la razón entre la variación de la fuerza aplicada y la del correspondiente alargamiento. Si se representa la rigidez frente al número de ciclos, para las dos condiciones de secado extremas evaluadas, se obtiene la gráfica de la Figura 12. Se observa cómo la rigidez disminuye con el número de ciclos y el incremento de la variación de esfuerzos correspondiente y que, una vez alcanzado el escalón crítico coincidiendo con la superación de la temperatura de transición vítrea, se produce una flexibilización en el material generalizada, indicativa de un decremento de la resistencia a la fatiga importante, previo a su fallo.

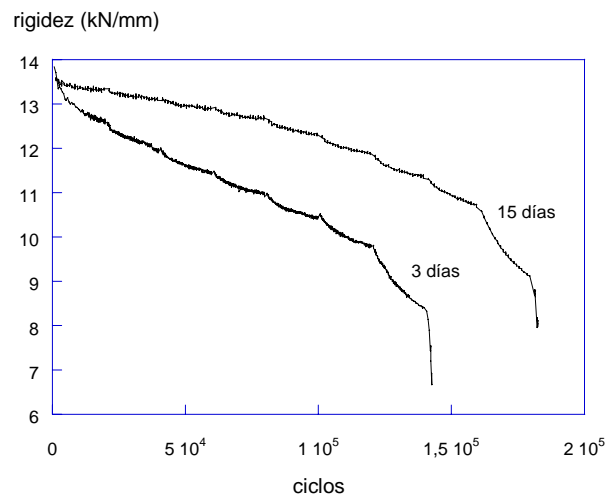


Figura 12. Evolución de la rigidez

En cualquier caso, se detecta que ambas condiciones extremas de secado presentan una característica común, su alargamiento en rotura que se establece en 0,5 mm. Este parámetro se le llama alargamiento crítico (ΔL_C), el cual, una vez alcanzado, independientemente del nivel térmico y/o tensional aplicado, conduce a la rotura del material.

5. CONCLUSIONES

Del estudio realizado se pueden extraer las siguientes conclusiones:

1. Los diferentes tiempos de secado considerados en el estudio no modifican la capacidad higroscópica del material, alcanzándose valores de saturación similares en todos los casos y que se sitúan en torno al 6%.

2. La viscosidad, medida a partir del número de viscosidad del material aumenta linealmente con el tiempo de secado a 100°C, como consecuencia de una post-condensación espontánea que tiene lugar en el polímero. En estas condiciones, el material incrementa su resistencia mecánica.
3. Los análisis térmicos realizados en DSC muestran que la temperatura de transición vítrea (T_G) y la temperatura de fusión (T_F) no varían con los tiempos de secado y, sin embargo, la temperatura de cristalización (T_C) sí se encuentra afectada. En concreto, para tiempos de secado elevados la temperatura de cristalización disminuye, lo que pudiera condicionar los parámetros de presión y de temperatura requeridos en los procesos de moldeo por inyección si se deseara reciclar el material compuesto.
4. Se ha puesto de manifiesto que el porcentaje de cristalinidad del polímero tiende a incrementarse para tiempos de secado elevados. Este hecho, unido a la post-condensación del polímero, debe de redundar en un incremento de su resistencia mecánica.
5. Los resultados de comportamiento mecánico del material bajo cargas dinámicas se muestran acordes con los resultados exhibidos por el material en la caracterización físico-térmica. Cuanto más elevado es el tiempo de secado, por un lado, el material muestra mayor capacidad para absorber energía de impacto y, por otro lado, bajo cargas cíclicas que generan incrementos térmicos es cuando el material muestra su mayor diferencia de comportamiento, al incrementar su resistencia a la fatiga, medida a través del método locati, hasta en un 12 %. En cualquier caso, se ha observado que para este material el máximo alargamiento admitido es de 0.5 mm, que se corresponde con una deformación del 2%.

AGRADECIMIENTOS

Los autores de este trabajo, desean expresar su más sincera gratitud a la empresa DSM Engineering Plastics por su colaboración en el suministro del material necesario para poder desarrollar el estudio realizado.

REFERENCIAS

- [1] *Especificación Técnica de Placas Acodadas Ligeras de Sujeción*. E.T. 03.360.578.3. Mantenimiento de infraestructura RENFE. Primera edición: Mayo 1998.
- [2] UNE-EN ISO 527 – 4. Plásticos. *Determinación de las propiedades en tracción. Parte 4: Condiciones de ensayo para plásticos compuestos isotrópicos y*

ortotrópicos reforzados con fibras. AENOR abril 1997.

- [3] UNE-EN ISO 307. *Determinación del número de viscosidad*. Ácido fórmico 90%. AENOR noviembre 1998.
- [4] Locati, L. (1950) *La Fatica dei Materiali Metallici*. Ulrico Hoepli. Milano.
- [5] Locati, L. (1952) Programmed Fatigue Test, Variable Amplitude Rotat. *Metallurgia Italiana*. Vol 44, nº 4. 135-144.
- [6] S. Fakirov, N. Avramova, *Influence of thermal treatment, molecular weight and orientation on the mechanical properties of polyamide-6*, Sofia University, Faculty of Chemistry, 1126 Sofia, Bulgaria, 1981. Polymeric Act. Volume 33, Issue 4, Pages 271 – 275.
- [7] Ph. Marechal, R. Legras, J. M. Dekoninck, *Postcondensation and oxidation processes in molten polyamide 6*, Université Catholique de Louvain and Exxon Chemical International, Inc, Belgium, 1992. Journal of Polymer Science Part A: Polymer Chemistry. Volume 31, Issue 8, Pages 2057 – 2067.
- [8] R. J. Gaymans, J. Amirtharaj, H. Kamp, *Nylon 6 polymerization in the solid state*, Twente University of Technology, Dept. of Chemical Technology, Polymer Laboratories, 7500 AE Enschede, The Netherlands, 1982. Journal of Applied Polymer Science. Volume 27. Issue 7 , Pages 2513 – 2526.
- [9] B. Gantillon, R. Spitz, T. F. McKenna, *The Solid State Postcondensation of PET, 1*, CNRS-LCPP/ESCPE-Lyon, France, 2003. Macromolecular Materials and Engineering. Volume 289, Issue 1, Pages 88 – 105
- [10] P.A. Eriksson, P. Boydell, K. Eriksson, J. Manson, A. Albertsson. *Effect of thermal-oxidative aging on Mechanical, chemical and thermal properties of recycled polyamide 6.6*. Journal of Applied Polymer Science. Vol 65. Issue 8. 1997. Pages 1619-1630.
- [11] Casado J. A. *Comportamiento en fatiga de poliamidas reforzadas con fibra de vidrio corta*. Tesis Doctoral. Departamento de Ciencia e Ing. del Terreno y de los Materiales. Universidad de Cantabria. Santander, abril 2001.

MODELIZACIÓN NUMÉRICA DE LA ROTURA EN MATERIALES COMPUESTOS POR DAÑO EN LA MATRIZ Y DECOHESIÓN DE LAS FIBRAS

L. P. Canal¹, J. Segurado^{1,2}, J. LLorca^{1,2}

¹Departamento 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: luisp@mater.upm.es

²Instituto Madrileño de Estudios Avanzados en Materiales (IMDEA-Materiales) E.T.S. de Ingenieros de Caminos, Canales y Puertos, Universidad Politécnica de Madrid, C/ Profesor Aranguren s/n, 28040 Madrid, España.

RESUMEN

Se ha estudiado, mediante micromecánica computacional, el comportamiento transversal hasta rotura de materiales compuestos de matriz polimérica reforzados por fibras unidireccionales. Los mecanismos de daño considerados han sido el deterioro de la matriz, producido por la nucleación y el crecimiento de poros, y la decohesión de las intercaras fibra-matriz.

El comportamiento mecánico de la matriz se ha simulado mediante el modelo de plasticidad con daño propuesto por Jeong. Este modelo modifica el criterio de plastificación de Drucker-Prager para representar los distintos mecanismos que se producen durante la deformación plástica de polímeros vítreos de tenacidad mejorada.

El ablandamiento que produce el daño en el modelo conlleva la dependencia del resultado con la discretización utilizada debido al fenómeno de localización. En este estudio se ha propuesto una implementación viscoplástica implícita del modelo de Jeong para minimizar dicho efecto.

La simulación mediante elementos finitos de un volumen representativo de la sección transversal del material compuesto se ha empleado para estudiar la validez de los criterios de fallo más empleados actualmente para materiales reforzados con fibras unidireccionales. Se ha aprovechado la técnica de micromecánica computacional para estudiar el material sometido a estados tensionales difícilmente reproducibles experimentalmente, como son las tracciones en la dirección transversal y los esfuerzos de cortante fuera de plano.

ABSTRACT

Computational micromechanics is used to analyze the mechanical behavior until failure of a polymeric matrix unidirectionally reinforced with long fibers and subjected to transverse tension and out-of-plane shear. The damage mechanisms included are the matrix damage, produced by the nucleation and growth of voids, and the matrix-fiber decohesion.

The mechanical behavior of the matrix has been simulated with the Jeong's plasticity model. This model modifies the Drucker-Prager yield function to represent the mechanisms during the plastic deformation in the toughened glassy polymers.

The softening in the model causes the dependency of the result with the discretization due to a localization effect. In order to minimise this effect, an implicit viscoplastic implementation of the Jeong's model is used in this work.

Two of the most used failure criteria for composites are compared with the results of the finite element simulations of a representative element of the lamina transverse section. Computational micromechanics is used to study the stress states given by transverse tension and out-of-plane shear, which are very difficult to reproduce experimentally.

PALABRAS CLAVE: micromecánica, plasticidad, daño, materiales compuestos

1. INTRODUCCIÓN

Los materiales compuestos de matriz polimérica reforzados por fibras unidireccionales tienen propiedades mecánicas muy adecuadas para su utilización en apli-

caciones estructurales. Estos materiales, debido a los altos valores de rigidez y resistencia específica, están desplazando a materiales convencionales en numerosas aplicaciones donde se requiere la mejor relación entre el comportamiento mecánico y el peso.

Un criterio de fallo fiable para láminas sometidas a cualquier estado posible de cargas es un requerimiento imprescindible para el correcto diseño de las aplicaciones con laminados. Actualmente dos de los criterios más empleados son los de Hashin [1] y Puck [2, 3].

En este trabajo se presenta el estudio, realizado mediante técnicas de micromecánica computacional, del comportamiento hasta la rotura del material reforzado por fibras unidireccionales, al ser sometido a esfuerzos de tracción en dirección transversal y cortante fuera del plano. Los resultados obtenidos de las simulaciones por elementos finitos se comparan con la superficie de rotura proporcionada por los criterios de fallo de Hashin y Puck, comprobando la exactitud de estos para los estados de cargas estudiados. Los trabajos similares recogidos en la literatura sólo tratan estados de carga de compresión y cortante fuera de plano [6].

Los mecanismos de fallo observados experimentalmente se incluyeron en el modelo computacional. La decohesión entre las fibras y la matriz se simuló mediante elementos cohesivos. El daño en la matriz se trató por medio del modelo de plasticidad con daño propuesto por Jeong [4, 5]. Este modelo simula el proceso de nucleación y crecimiento de poros que se produce en el epoxy de tenacidad mejorada.

El ablandamiento que se produce en el modelo da lugar a los problemas de concentración del daño y la consecuente dependencia del resultado con el tamaño y la discretización utilizada; para evitar estos problemas se recurrió a una implementación viscoplástica e implícita del modelo de Jeong.

2. CRITERIO DE PLASTICIDAD CON DAÑO PARA MATERIALES CON COMPORTAMIENTO PLÁSTICO SENSIBLE A LA PRESIÓN

La plastificación de polímeros se simula habitualmente mediante los criterios de Mohr-Coulomb y Drucker-Prager. En estos modelos la plastificación depende de las tensiones hidrostáticas, con ellos se pueden reproducir las características de la deformación plástica en polímeros observadas experimentalmente, como la asimetría entre tracción y compresión y la formación de bandas de cortante en compresión en ángulos comprendidos entre 50° y 56° con el eje perpendicular a la carga.

En el criterio de Drucker-Prager la plastificación se describe mediante una combinación de la tensión desviadora y la tensión hidrostática de la forma

$$\phi(\sigma) = \sigma_e + \alpha\sigma_m - \sigma_o \quad (1)$$

donde ϕ es la función de plastificación, σ es el tensor de tensiones, α representa la sensibilidad a la presión, σ_o la cohesión y, σ_m y σ_e son la tensión hidrostática y equivalente de von Mises respectivamente.

La presencia de huecos en un material introduce una dependencia de la plasticidad con la tensión hidrostática incluso en materiales que totalmente densos se comportan según un criterio de plastificación tipo J_2 . Para tener en cuenta este efecto y la disminución de resistencia que provocan los huecos en el material, Gurson [7] modificó la función de plastificación de von Mises incluyendo el daño que ocasiona la porosidad.

El criterio propuesto por Jeong, para modelizar la plastificación y el daño en polímeros termoestables de tenacidad mejorada, hace una generalización del modelo de Gurson a materiales que sin poros tienen una plasticidad sensible a la presión hidrostática. Así la nueva función de plastificación está dada por

$$\Phi(\Sigma, \sigma_o, f, \alpha) = \left(\frac{\Sigma_e}{\sigma_o}\right)^2 + \left(1 - \alpha\frac{\Sigma_m}{\sigma_o}\right) \cdot \left[2fq_1 \cosh\left(q_2\frac{3 + \text{sign}(\Sigma_m)2\alpha}{2\alpha} \log\left(1 - \alpha\frac{\Sigma_m}{\sigma_o}\right)\right) - q_3f^2 - 1\right] \quad (2)$$

donde Σ es el tensor de tensiones macroscópicas (en una longitud de escala mucho mayor que la de los poros), f es la fracción volumétrica de poros y Σ_m y Σ_e representan las tensiones hidrostática y equivalente respectivamente. Los tres parámetros q se introducen para tener en cuenta la interacción entre los huecos, los valores sugeridos por Jeong son $q_1 = 1,35$, $q_2 = 0,95$ y $q_3 = 1,35$, obtenidos a partir de simulaciones micromecánicas del crecimiento de los poros.

La evolución de la fracción volumétrica de poros en el interior del material se debe a los mecanismos de nucleación (\dot{f}_n) y crecimientos de poros (\dot{f}_g).

$$\dot{f} = \dot{f}_n + \dot{f}_g \quad (3)$$

Jeong propone tres posibles mecanismos de control de la nucleación: por deformación plástica, por la tensión principal máxima y por tensiones hidrostáticas. En el caso de las resinas epoxy de tenacidad mejorada mediante la adición de partículas de goma, la nucleación de poros se debe a la cavitación de estas partículas cuando se alcanza una determinada tensión hidrostática. Así la nucleación se modeliza por la siguiente ecuación

$$\dot{f}_n = \frac{f_N}{s\sigma_y\sqrt{2\pi}} \exp\left[-\frac{1}{2}\left(\frac{\Sigma_m - \sigma_N}{s\sigma_y}\right)^2\right] \dot{\Sigma}_m \quad (4)$$

donde σ_y es el límite elástico, f_N es la fracción volumétrica de partículas nucleantes, s y σ_N son la desviación estándar y el valor medio de la función de distribución respectivamente.

El término que representa el crecimiento de poros está dado por

$$\dot{f}_g = (1 - f)[tr(\dot{\epsilon}^P) - \beta\dot{\epsilon}_e^P] \quad (5)$$

donde $\dot{\epsilon}^P$ es el tensor incremento de deformación plástica y $\dot{\epsilon}_e^P$ el incremento de la deformación plástica equivalente.

En muchos polímeros, además del deterioro del material por la presencia de poros, se produce con la deformación plástica una evolución de sus propiedades mecánicas. En cuanto se alcanza la tensión de plastificación el material se ablanda rápidamente para posteriormente endurecer a deformaciones plásticas mayores [12]. Este comportamiento se ha tenido en cuenta modificando la cohesión del material según la siguiente ley utilizada por Jeong

$$\sigma_o = \sigma_{oi} \left[\left(\frac{\epsilon_e^P}{\epsilon_y} + 1 \right)^N + C_1 \left(\frac{\epsilon_e^P}{\epsilon_y} \right)^{N_1} \log \left(C_2 \frac{\epsilon_e^P}{\epsilon_y} \right) \right] \quad (6)$$

donde σ_{oi} es la cohesión inicial, ϵ_e^P la deformación plástica equivalente, ϵ_y es la deformación a la que se produce la plastificación del material y, N , N_1 , C_1 y C_2 son parámetros que controlan la evolución con la deformación plástica.

2.1. Implementación con plasticidad independiente de la velocidad de deformación

El problema de las implementaciones independientes de la velocidad de deformación de modelos con ablandamiento del material es la dependencia del resultado con la discretización utilizada [9]. Este comportamiento anómalo debe ser evitado, para lo que existen varias técnicas capaces de ofrecer un resultado realista e independiente del tamaño de los elementos, como son: modelos no locales, la incorporación de discontinuidades en el modelo o la regularización viscoplástica.

2.2. Implementación viscoplástica

En este trabajo se ha utilizado una implementación viscoplástica del modelo de Jeong para evitar los problemas de localización. Entre las distintas posibilidades, se escogió esta técnica de regularización por su mayor simplicidad para ser implementada en el programa comercial de elementos finitos Abaqus mediante una subrutina de material de usuario (UMAT). Se utilizó un esquema de backward-Euler implícito para la integración de las ecuaciones de viscoplasticidad.

En el caso de un flujo viscoplástico asociado, la ley de fluencia está dada por

$$\dot{\epsilon}_{vp} = \gamma \langle \phi^m \rangle \frac{\partial \phi}{\partial \sigma} \quad (7)$$

donde ϕ es la función de plastificación y γ y m dos parámetros que determinan el comportamiento viscoplástico del material, cuando γ o m tienden a infinito se recupera la solución estática.

Debido a la complejidad de la función de plastificación, no existe la posibilidad de una integración analítica del

modelo de Jeong. La tensión, la deformación viscoplastica, la porosidad y la evolución de la resistencia del material se obtuvieron mediante un proceso iterativo. Dada una predicción elástica del estado de tensional (σ_B), la tensión al final del incremento (σ_C) se obtiene minimizando las siguientes ecuaciones:

$$g = \Delta\lambda - \Delta t\gamma\langle\phi^m\rangle_C = 0 \quad (8)$$

$$\mathbf{r} = \boldsymbol{\sigma}_C - (\boldsymbol{\sigma}_B - \Delta\lambda \mathbf{Ca}_C) = 0 \quad (9)$$

donde \mathbf{a} es la derivada de la función de plastificación con respecto al tensor de tensiones y $\Delta\lambda$ es el multiplicador plástico, ver figura 1.

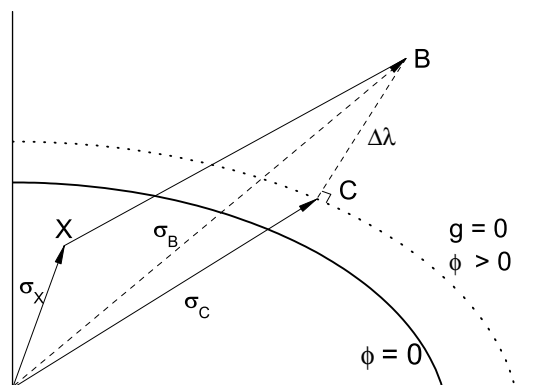


Figura 1: Esquema del procedimiento de backward-Euler.

En la figura 1 se muestra un esquema del procedimiento de integración de las ecuaciones de viscoplasticidad, se observa cómo el retorno se produce a una nueva superficie, distinta de la de plastificación, determinada por la viscosidad del material. La ecuación 8 determina la magnitud de la deformación viscoplástica, mientras la ecuación 9 proporciona la dirección del flujo. Mediante el desarrollo en serie de Taylor estas dos ecuaciones se obtienen los incrementos en la tensión y en el multiplicador plástico.

En un trabajo anterior [10] se realizó un estudio del efecto regularizador de la implementación viscoplástica del modelo de Jeong. En dicho estudio se comprobó que el tamaño de las bandas donde se localizaba el daño era independiente de la discretización. Las propiedades viscoplásticas se eligieron con el objetivo de mantener la regularización y producir la plastificación a la tensión más parecida posible al caso independiente del tiempo.

3. MODELO COMPUTACIONAL

El estudio del comportamiento mecánico hasta rotura del material compuesto reforzado por fibras unidireccionales

se realizó mediante la simulación por el método de elementos finitos de volúmenes representativos de la microestructura de una sección transversal del material.

Para estudiar el comportamiento del material compuesto sometido a esfuerzos de tracción en la dirección transversal y cortante fuera del plano, se generaron volúmenes representativos periódicos de la sección de la lámina, que contiene una distribución aleatoria y homogénea de fibras embebidas en la matriz.

En el caso de la implementación independiente del tiempo del modelo de Jeong, un volumen representativo (RVE) de 30 fibras fueron suficientes para proporcionar una respuesta precisa [8]. En este trabajo se ha considerado que 30 fibras es un tamaño adecuado, y proporciona una buena relación entre el tiempo de cálculo empleado y la dispersión de resultados entre las diferentes realizaciones.

Para representar de forma adecuada la deformación de la celda periódica y poder simular cualquier estado de tensión o deformación se usaron condiciones de contorno periódicas [11].

Las simulaciones fueron realizadas mediante el código de elementos finitos Abaqus/Standar con condiciones de deformación plana.

4. RESULTADOS

En esta investigación se utiliza la micromecánica computacional para evaluar la superficie de fallo de una lámina de material compuesto sometido a esfuerzos de tracción en la dirección transversal y cortante fuera de plano según se representan en la figura 2

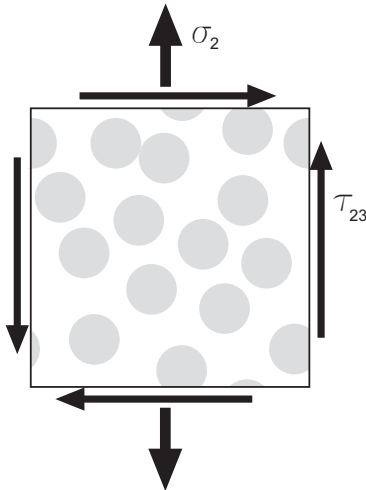


Figura 2: Representación esquemática de un volumen representativo de la microestructura de la lámina sometido a tracción en la dirección transversal y cortante fuera del plano.

También se comprobó la influencia de la resistencia de

las intercaras en el fallo del material utilizando intercaras fuertes y débiles en las simulaciones. Las superficies de fallo obtenidas de las simulaciones micromecánicas se compararon con las proporcionadas por los criterios de rotura de Hashin y Puck.

Para los estados de cargas estudiados en este trabajo, el criterio de fallo de Hashin propone la siguiente expresión

$$\frac{1}{\sigma_T^2} \sigma_2^2 + \frac{1}{\tau_T^2} \tau_{23}^2 = 1 \quad (10)$$

donde σ_T es la tensión de fallo en tracción y τ_T la tensión de fallo en cortante.

Para los mismos estados de cargas, Puck propone la siguiente condición de fallo

$$\sqrt{\left[\left(\frac{1}{\sigma_T} - \frac{p_{\perp\perp}^{(+)}}{2(1+p_{\perp\perp}^{(-)})} \right) \sigma_n(\theta_{fc}) \right]^2 + \left(\frac{\tau_{nt}(\theta_{fc})}{\frac{\sigma_C}{2(1+p_{\perp\perp}^{(-)})}} \right)^2} + \frac{p_{\perp\perp}^{(+)}}{\frac{\sigma_C}{2(1+p_{\perp\perp}^{(-)})}} \sigma_n(\theta_{fc}) = 1 \quad (11)$$

con

$$\sigma_n(\theta_{fc}) = \sigma_2 \cos^2 \theta_{fc} + 2\tau_{23} \sin \theta_{fc} \cos \theta_{fc}$$

$$\tau_{nt}(\theta_{fc}) = -\sigma_2 \sin \theta_{fc} \cos \theta_{fc} + \tau_{23} (\cos^2 \theta_{fc} - \sin^2 \theta_{fc})$$

donde σ_T es la tensión de fallo en tracción, σ_C es la tensión de fallo en compresión y θ_{fc} es el ángulo del plano en el que se produce la rotura del material. $p_{\perp\perp}^{(+)}$ y $p_{\perp\perp}^{(-)}$ son parámetros del modelo, en nuestro caso los valores sugeridos por Puck están dados por la expresión

$$p_{\perp\perp}^{(+)} = p_{\perp\perp}^{(-)} = \frac{1}{2\cos^2 \theta_C} - 1 \quad (12)$$

siendo θ_C el ángulo en el que se produce el fallo del material cuando está sometido a compresión en la dirección transversal.

Para las simulaciones se utilizaron las propiedades de la matriz sugeridas por Jeong para epoxies reforzadas con partículas de goma. $E = 2350 \text{ MPa}$, $\sigma_o = 75 \text{ MPa}$, $\nu = 0,428$, $\alpha = 0,2252$, $f_n = 0,12$, $\sigma_n = 69,76 \text{ MPa}$ y $s = 0,39$. Las fibras se consideraron elásticas y lineales con $E = 40000 \text{ GPa}$ y $\nu = 0,25$

4.1. Intercara fuerte

En este apartado se estudió la rotura del material compuesto en el que la unión entre las fibras y la matriz tiene

una gran resistencia, es decir, que la rotura del material es debida solamente al deterioro de la matriz, sin la posible decohesión de las fibras.

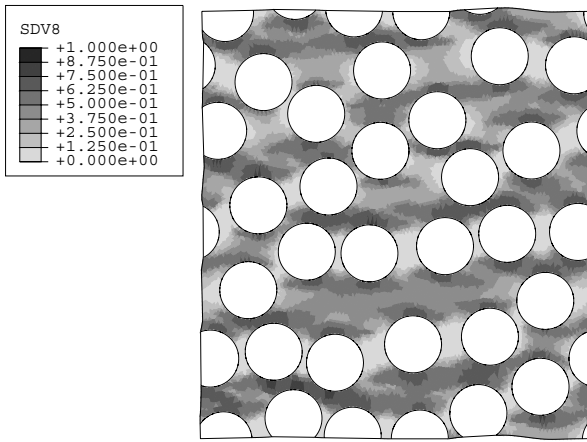


Figura 3: Distribución de la fracción volumétrica de poros en un ensayo de tracción uniaxial en la dirección y.

En la figura 3 se muestra la distribución del daño en una simulación de un ensayo a tracción uniaxial en la dirección vertical. Se comprueba, aunque el daño es bastante uniforme en toda la matriz, que los máximos valores se disponen formando bandas perpendiculares a la dirección de carga, como era de esperar por la nucleación controlada por las tensiones hidrostáticas. En la curva tensión-deformación obtenida en la simulación del ensayo de tracción uniaxial (figura 4) se observa un rápido descenso en la resistencia del material una vez se produce la plastificación, esto es debido a las bajas tensiones y la rapidez con la que se nuclean los poros en estos materiales.

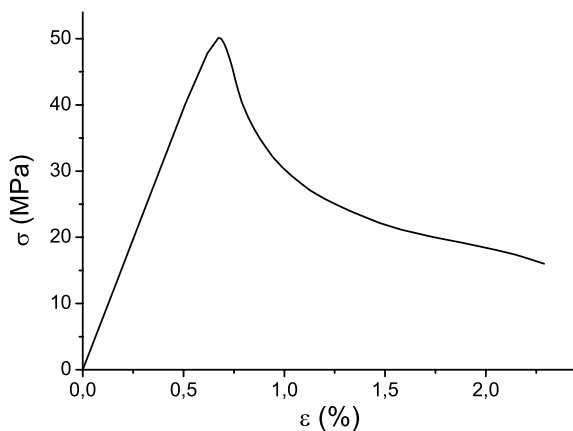


Figura 4: Curva tensión-deformación para un ensayo de tracción uniaxial en la dirección transversal.

Para comprobar la superficie de fallo en el plano $\tau_{23} - \sigma_2$ se realizaron simulaciones con distintas relaciones de carga entre tracción transversal y cortante fuera del plano. Las curvas donde se representa la evolución de la relación entre τ_{23} y σ_2 durante el ensayo, se representan en la figura 5. Como puede observarse, el criterio de Hashin se ajusta bien a los resultados de las simulaciones, esto se debe a que el ajuste se ha realizado conociendo τ_T y σ_T , lo que experimentalmente sería de gran dificultad.

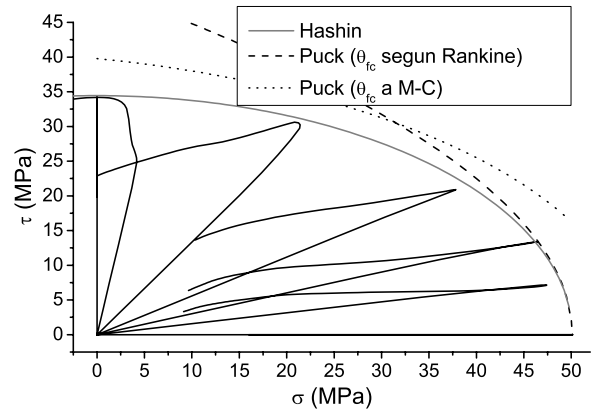


Figura 5: Material con intercaras fuertes. τ_{23} frente a σ_2 para distintas relaciones de carga entre tracción y cortante, y predicciones de la curva de fallo de los criterios de Hashin y Puck.

El criterio de fallo de Puck también exige conocer datos difíciles de determinar experimentalmente, como son σ_T y θ_{fc} , en este trabajo supusimos conocido σ_T pero no el ángulo en el que se produce la rotura del material, que se impuso considerando dos casos límites. Una primera suposición fue que el material compuesto se rompe según un criterio de Rankine, formando un ángulo de rotura de 45° en cortante y perpendicular a la dirección de carga en el caso de tracción pura. El segundo caso considerado fue que la rotura del material compuesto siga un criterio de fallo de tipo Mohr-Coulomb, en cuyo caso el ángulo de rotura dependerá del ángulo de fricción considerado.

En la figura 5 se comprueba que el criterio de Puck, para los dos casos límites supuestos, no se ajusta bien a los datos obtenidos de las simulaciones, proporcionando peores resultados que el criterio de Hashin. Parece indicar que el criterio de fallo de Puck, para este estado de cargas, no predice bien la rotura de estos materiales, en los que todo el daño se produce por la rotura de la matriz.

4.2. Intercara débil

En la figura 6 se representa $\tau_{23} - \sigma_2$ para las distintas relaciones de carga simuladas y las superficies de rotura dadas por los criterios de fallo de Hashin y Puck, en

este caso el material tiene intercaras débiles y el mecanismo de rotura inicial es la decohesión de las fibras. En las simulaciones se ha considerado que la resistencia de la intercara es el 75 % de la cohesión de la matriz.

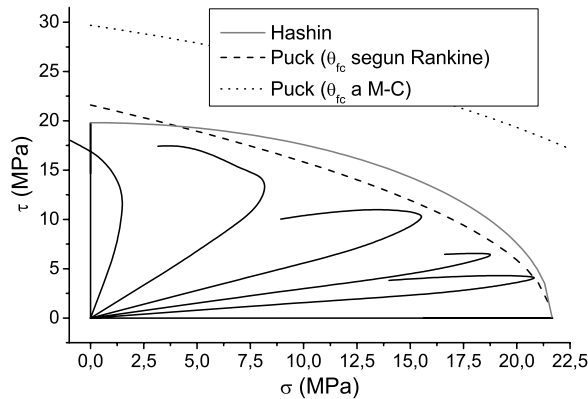


Figura 6: Material con intercaras débiles. τ_{23} frente a σ_2 para distintas relaciones de carga entre tracción y cortante, y predicciones de la curva de fallo de los criterios de Hashin y Puck.

Se comprueba en la figura 6 que el criterio de Hashin no se ajusta bien a los resultados de la simulaciones, a pesar de que exige conocer los valores de la resistencia del material en cortante y tracción pura, no es capaz de predecir los estados de carga intermedios.

El criterio de Puck, con la suposición de que el material compuesto se rompe en un ángulo dado por Rankine, proporciona un buen ajuste a los valores obtenidos de las simulaciones por elementos finitos. Esto es debido a que las intercaras se abren por la tensión normal máxima, como sucede en el criterio de Rankine, haciendo que el material falle rápidamente en los ángulos de rotura que predice el criterio de Rankine.

5. CONCLUSIONES

Se ha realizado un estudio micromecánico computacional del comportamiento hasta el fallo de materiales compuestos. Con matriz epoxy de tenacidad mejorada y reforzada por fibras unidireccionales. Se han estudiado los casos de tracción en la dirección transversal y cortante fuera del plano.

Los dos mecanismos de fallo que experimentalmente se observan en la rotura del material se incluyeron en las simulaciones. La decohesión fibra-matriz se modelizó con elementos cohesivos, y el deterioro de la matriz se introdujo mediante un modelo de plasticidad con daño por

aparición de porosidad propuesto por Jeong. Los problemas de localización en el modelo se evitaron mediante una implementación viscoplástica.

Las simulaciones micromecánicas se han utilizado para comprobar la precisión de los criterios de fallo de Hashin y Puck para materiales compuestos.

El daño en el material con intercaras fuertes se produce únicamente por el daño en la matriz. En este caso, el resultado que proporcionan los dos casos límites considerados en el criterio de Puck (que el ángulo de rotura del material compuesto esté dado por un criterio de Rankine y que la rotura se produzca a un ángulo determinado mediante el criterio de Mohr-Coulomb) no consiguen una buena predicción de los resultados obtenidos de las simulaciones numéricas, lo que sí logra el criterio de Hashin.

Por el contrario, cuando el mecanismo de rotura inicial es la decohesión de las fibras, el criterio de Hashin no consigue una buena aproximación a los resultados de las simulaciones. En este caso, es el criterio de Puck el que proporciona unos valores próximos a los del modelo numérico. Esto es debido a que el ángulo de rotura está determinado por la apertura de las intercaras, la cual obedece a un criterio de Rankine.

REFERENCIAS

- [1] Z. Hashin. J. Appl. Mech. 47 (1980) 329-334.
- [2] A. Puck, H. Schürmann. Comp. Sci. Tech. 58 (1998) 1045-1067.
- [3] A. Puck, H. schürmann. Comp. Sci. Tech. 62 (2002) 1633-1662.
- [4] H. Y. Jeong, J. Pan. Int. J. Sol. Struct. 32 (1995) 3669-3691.
- [5] H. Y. Jeong. Int. J. Sol. Struct. 39 (2002) 1385-1403
- [6] E. Totry, C. Gonzalez, J. LLorca. Comp. Sci. Tech. In press.
- [7] A. L. Gurson. J. Eng. Mater. Tech. 99 (1977) 2-15.
- [8] L. P. Canal, J. Segurado, J. LLorca. Anales de Mecánica de la Fractura 24 (2007) 151-156.
- [9] Z. P. Bažant. J. Eng Mech. Div. 102 (1976) 331-344.
- [10] L. P. Canal, J. Segurado, J. LLorca. Materiales Compuestos 07 (2007) 523-531.
- [11] J. Segurado, J. LLorca. J. Mech. Phys. Solids (2002) 2107-2121.
- [12] Y. Huang, A.J. Kinloch, J. Mater. Sci. 27, 2753-2762.

SIMULACIÓN DEL FALLO DE MATERIALES COMPUESTOS DE MATRIZ POLIMÉRICA REFORZADOS CON FIBRA

FAILURE SIMULATION IN LAMINATES OF FIBER-REINFORCED COMPOSITES

S. Sadaba¹, C. Gonzalez², J. LLorca^{1,2}

¹ Instituto Madrileño de Estudios Avanzados en Materiales, IMDEA-Materiales, C/ Profesor Aranguren s/n,
28040 Madrid, España.
E-mail: sergio.sadaba@imdea.org

² 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.

RESUMEN

Para asegurar la fiabilidad de componentes de materiales compuestos que tienen responsabilidad sobre la vida de las personas, son necesarios costosos procedimientos de validación experimental. Con el estado actual de los modelos realísticos de daño en materiales compuestos es posible el desarrollo de ensayos virtuales que puedan sustituir a parte de los programas de ensayo.

La metodología propuesta consiste en una implementación de los criterios LARC03-04 de fallo intralaminar como ecuación constitutiva del material en un modelo de elementos finitos. La ventaja del modelo LARC es que parámetros relevantes de los criterios de rotura pueden obtenerse bien por ensayos a nivel de lámina o por medio de modelos micromecánicos a partir de propiedades conocidas de fibra, matriz e intercara. El modelo anterior se ha combinado con un modelo de fallo interlaminar implementado mediante elementos cohesivos, con el fin de capturar la delaminación.

ABSTRACT

In order to assess reliability of components made of composites which have responsibility on human lives, there is a burden of costly experimental programs for validation. With the current state of realistic damage models in fiber-reinforced composites, the development of virtual tests which can at least partially substitute the expensive experimental programs is at hand.

The proposed methodology consists of a finite element implementation of the LARC03-04 criteria as material constitutive equations in a finite element model. One of the advantages of using the LARC model is that the relevant parameters can be obtained either by physical testing (at lamina level) or by means of computational micromechanical models. The later models may be developed from known properties of the composite constituents: fiber, matrix and interface. The described model has been combined with an interlaminar failure model, which has been implemented by means of cohesive elements, in order to capture delamination.

PALABRAS CLAVE: Composites, crack band, fracture, delamination.

1. INTRODUCTION

Fiber-reinforced polymer composites are widely used in light weight applications due to their excellent specific mechanical properties as compared with standard metallic alloys. For instance, in the aircraft industry the estimated value for lightweight is of the order of 100 to 1000 Euros per Kg of weight saved and, therefore, constitutes the driving force to reduce the fuel costs and improve environment protection.

Aircrafts require aeronautical certification involving a huge amount of testing from materials and coupons to

subcomponents, components, wing boxes and tail planes (typically involving up to 10^5 tests) [1]. At this point, finite element computational models emerged as accurate tools to investigate the mechanical behaviour of structural materials due to their ability to include complex constitutive equations and to the increasing power of digital computers. The methodology which simulates the mechanical behaviour of composite structures and/or components until failure is known as virtual testing technology.

Simulation of failure of composite materials is particularly complex as different failure modes can be

produced as a function of the loading direction and the stress state. A composite lamina usually can fail according to four different physical fracture mechanisms depending on the loading mode (intralaminar failure): tensile deformation in the longitudinal direction leads to fiber fracture while compression in the same direction induces failure by localized fiber kinking. Tensile deformation perpendicular to the fibers results in matrix cracking, and transverse compression or shear deformation triggers fracture by the formation of matrix shear bands. Finally, failure criteria applicable to laminates should take into account the decohesion between individual plies and this failure mode is usually described as interlaminar failure.

An efficient tool to simulate failure in composite materials is Continuum Damage Mechanics. Fracture Mechanics considers cracks as discontinuities of the continuum media with effective criterion of the initiation and growth of cracks. On the other hand, Continuum Damage Mechanics use damage variables to describe the density of internal defects in the continuum. The present paper contains virtual testing methodology based on continuum damage mechanics taking into account the physical damage mechanisms experimentally observed for this materials: intralaminar and interlaminar failure.

2. INTRALAMINAR FAILURE

The material model for an unidirectional lamina of fiber-reinforced composite consists of an orthotropic linear elastic material model, a failure criterion that indicates the start of the inelastic response, and a damage evolution law determining the degradation of the stiffness with the load.

2.1. Failure criteria

In fiber reinforced composites, longitudinal failure and transverse failure to the fiber direction are distinguished, as in Figure 1. Longitudinal failure occurs in tensile loads ((1+) in Figure 1) because of fiber breaking, pull out and propagation, whereas the so-called “fiber kinking” ((1-) in Figure 1) occurs at failure under compression loads.

Failure in the transverse direction encompasses both matrix cracking and fiber-matrix debonding. When the in-plane shear stress is large compared to the transverse compressive stress, the fracture plane is perpendicular to the mid-plane of the ply ((2+) in Figure 1). However, increasing the compressive transverse stress causes a change in the angle of fracture plane ((2-) in Figure 1). Normally, for carbon-epoxy composites, the fracture plane is at a fracture angle of $\alpha_0 \approx 53^\circ$.

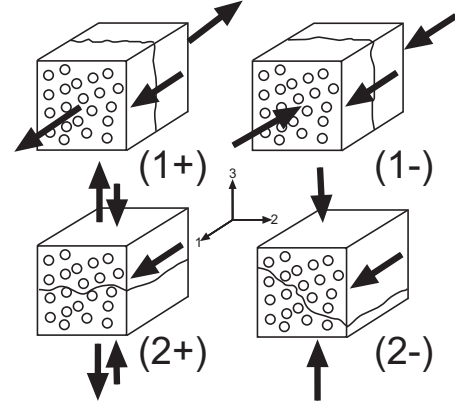


Figure 1. Intralaminar failure modes: (1+) Longitudinal tensile. (1-) Longitudinal compressive. (2+) Transverse fracture with $\alpha_0 = 0^\circ$. (2-) Transverse fracture with $\alpha_0 = 53^\circ$.

The lamina compliance tensor can be represented as an orthotropic linear elastic solid defined with E_i , G_i and ν_i as the elastic properties. In Voigt notation:

$$\mathbf{H} = \begin{bmatrix} \frac{1}{(1-d_1)E_1} & \frac{\nu_{21}}{E_2} & \frac{\nu_{31}}{E_3} & 0 & 0 & 0 \\ -\frac{\nu_{12}}{E_1} & \frac{1}{(1-d_2)E_2} & -\frac{\nu_{32}}{E_3} & 0 & 0 & 0 \\ -\frac{\nu_{13}}{E_1} & -\frac{\nu_{23}}{E_2} & \frac{1}{E_3} & 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & \frac{1}{G_{12}} & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & \frac{1}{G_{13}} & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & \frac{1}{(1-d_6)G_{23}} \end{bmatrix} \quad (1)$$

Where d_i are the damage variables which are related to the damage mechanisms presented in Figure 1.

The loading functions were obtained from the LARC04 [2] criterion and have been simplified to improve computational efficiency. Moreover, following energy considerations, additional bounds to the LARC04 criteria are considered [3]. The resulting loading functions have been computed as:

$$\phi_{1+} = \frac{E_1}{X_T} \varepsilon_{11} \quad (2a)$$

$$\phi_{1-} = \min \left\{ \frac{\langle |\tilde{\sigma}_{12}^m| + \eta^L \tilde{\sigma}_{22}^m \rangle}{S_L}, \frac{\eta^L - 1}{2S_L} \tilde{\sigma}_{11} \right\} \quad (2b)$$

$$\phi_{2+} = \begin{cases} \sqrt{\left(\frac{\tilde{\sigma}_{22}}{Y_T} \right)^2 + \left(\frac{\tilde{\sigma}_{12}}{S_L} \right)^2} & \text{if } \tilde{\sigma}_{22} \geq 0 \\ \frac{\langle |\tilde{\sigma}_{12}| + \eta^L \tilde{\sigma}_{22} \rangle}{S_L} & \text{if } \tilde{\sigma}_{22} < 0 \end{cases} \quad (2c)$$

$$\phi_{2-} = \min \left\{ \sqrt{\left(\frac{\tau_{eff}^T}{S_T} \right)^2 + \left(\frac{\tau_{eff}^L}{S_L} \right)^2}, \frac{\bar{\sigma}_{22}}{\Omega} \right\} \quad (2d)$$

defined from the “trial stress” $\bar{\sigma} = H_0^{-1} : \varepsilon$, where H_0 is the undamaged compliance tensor obtained from Eq. (1) using $d_1 = d_2 = d_6 = 0$.

The stresses in the fracture planes $\bar{\sigma}_{12}^m$, $\bar{\sigma}_{22}^m$, $\bar{\tau}_{eff}^T$, $\bar{\tau}_{eff}^L$ are obtained from geometrical considerations regarding the fracture plane and some internal parameters which are derived from the parameters below, as explained in [2].

The parameters X_T , X_C , Y_T , Y_C , S_L denote the tensile and compressive strength in the fiber direction X, in the perpendicular direction Y and in shear. Internal parameters η^L , η^T , φ^C , S_T , Ω can be derived from them by using approximations in [2, 3].

2.2. Damage evolution

Each failure mode N has a yield surface, represented by the function $F_N = 0$, $F_N = \phi_N - r_N$ and an internal variable damage threshold value r_N , representing the effect of the loading in a particular failure mode.

The evolution of the threshold values r_N is expressed by the Kuhn-Tucker conditions:

$$r_N \geq 0; F_N \leq 0; r_N F_N = 0 \quad (3)$$

N=1+, 1-, 2+, 2-

Under load reversal, transverse cracks, which are perpendicular to the ply midplane, do not affect the compression response. On the other hand, matrix cracks at a fracture angle caused by high compressive transverse stresses have the same effect as cracks perpendicular to the midplane when the load is reversed from compression to tension. Thus, the integrated damage evolution laws result in:

$$r_{2+} = \max\{1, \max\{\phi_{2-}\}, \max\{\phi_{2+}\}\} \quad (4a)$$

$$r_{2-} = \max\{1, \max\{\phi_{2-}\}\} \quad (4b)$$

$$r_{1+} = \max\{1, \max\{\phi_{1-}\}, \max\{\phi_{1+}\}\} \quad (4c)$$

$$r_{1-} = \max\{1, \max\{\phi_{1-}\}\} \quad (4d)$$

In order to fully define the constitutive model, it is necessary to define the relation between the internal variables and the damage variables. When the material is undamaged the internal variables r_N take the initial value of 1, and damaged variables d are set to 0. When the material is completely damaged, a fracture plane is

created, the strains are localized in a plane in which $r_N \rightarrow \infty$ and the damage variables approach to 1.

2.3. Smearing methodology

To determine the active damage variables, it is necessary to define the longitudinal and transverse damage modes as follows:

$$d_1 = d_{1+} \frac{\langle \sigma_{11} \rangle}{|\sigma_{11}|} + d_{1-} \frac{\langle -\sigma_{11} \rangle}{|\sigma_{11}|} \quad (5a)$$

$$d_2 = d_{2+} \frac{\langle \sigma_{11} \rangle}{|\sigma_{11}|} + d_{2-} \frac{\langle -\sigma_{11} \rangle}{|\sigma_{11}|} \quad (5b)$$

where $\langle x \rangle$ is the McCauley operator (positive part) which returns the argument if positive and zero otherwise.

The method is appropriate for achieving the objectivity of the global response of large structures under complex damage mechanisms. The numerical implementation of softening constitutive equations using the finite element method may result in mesh-dependent results because the energy dissipated is a function of the element size.

The proposed damage laws force softening as soon as one criterion is activated. Exponential damage evolution laws are used to represent the cohesive response of all the failure modes of the ply, having the general form:

$$d_M = 1 - \frac{1}{r_M} \exp[A_M(1 - r_M)] \quad (6a)$$

M=1+, 1-, 2+, 2-

$$d_6 = 1 - \left(\frac{1}{r_{2+}} \exp[A_6(1 - r_{2+})] \right) \cdot (1 - d_{1+}) \quad (6b)$$

The parameters A_M are mesh-dependent (i.e. one A_M is given for each element in the model), and are calculated in order to ensure that the energy is independent of the mesh refinement. For a correct computation of the energy dissipated, a characteristic dimension of the finite element needs to be included in the constitutive equations. Following the approach in [4, 5], the computed dissipated energy is regularized from the toughness of the material.

The constitutive model must not lead to a local snap-back in the local stress-strain relation. That means that the elastic energy at the point of damage onset may not be higher than the energy dissipated for the given element size. Therefore, the maximum size for the finite element for each damage law M is

$$l^* \leq \frac{2E_M G_M}{X_M^2} \quad (7)$$

3. INTERLAMINAR FAILURE

Delamination was taken into account in the model by using interface elements inserted between two adjacent layers. In order to speed up computations, the thickness of the interface elements was set to a fraction of the thickness of the adjacent layers representing a resin rich region (in this case $e_{coh} = 0.04 \cdot e_{layer}$) between plies. The interface elements transmit stresses according to a cohesive law defined in terms of a traction separation function relating the traction vector applied to the interface element $\vec{t} = t_N \vec{e}_N + t_S \vec{e}_S + t_T \vec{e}_T$. N, T and S represent the normal and tangential directions of the cohesive elements) and the displacement jump across the interface ($\vec{\delta} = \langle \delta_N \rangle \vec{e}_N + \delta_S \vec{e}_S + \delta_T \vec{e}_T$). A scalar damage parameter D is used again to account for interface degradation. The relations between normal and tangential components of the traction and displacement jump vector can be expressed as

$$\begin{aligned} t_N &= \begin{cases} (1-D)K_N \delta_N, & \delta_N \geq 0 \\ K_N \delta_N, & \delta_N \leq 0 \end{cases} \\ t_T &= (1-D)K_T \delta_T \\ t_S &= (1-D)K_S \delta_S \end{aligned} \quad (8)$$

where K represents the elastic stiffness of the interface which was assumed to be the same in all the directions. The interface elements behaviour is linear and elastic until the onset of damage. This condition is dictated by the following quadratic interaction criterion

$$\phi_C = \left(\frac{\langle t_N \rangle}{N} \right)^2 + \left(\frac{t_S}{S} \right)^2 + \left(\frac{t_T}{S} \right)^2 \quad (9)$$

where N and S represent the interface strength in normal and tangential directions, respectively (assuming isotropic behaviour of the interface in tangential plane s-t). Once the strength criterion (9) is fulfilled, the evolution of the damage variable D is controlled by the interface fracture energies in mode I and II (G_I and G_{II}) according to

$$\left(\frac{G_N}{G_I} \right) + \left(\frac{G_S}{G_{II}} \right) + \left(\frac{G_T}{G_{II}} \right) = 1 \quad (10)$$

where, G_N , G_S and G_T are the energy spent for each component of the traction vector and its corresponding conjugate relative displacement jump per unit area.

4. SIMULATIONS

Two laminates are considered: cross-ply symmetric $[0, 90]_S$ with ply thickness of 0.25 mm, with and without hole. The dimensions are 32 (width) x 100 (length) mm,

and the hole diameter is 6.3 mm. The specimens are loaded in tension until ultimate failure.

The model has been implemented in ABAQUS/Explicit non-linear finite element code [6]. A discretization with solid elements C3D8 through the laminate thickness has been made to model the laminas. Cohesive elements COH3D8 have been placed between laminas to model delamination. The material model for the laminas has been implemented using a user-subroutine VUMAT, whereas elements and properties from the ABAQUS library are used to model interlaminar failure.

4.1. Materials and mechanical properties

The material properties used in the present article are typical of a carbon fiber – epoxi composite material used in aeronautical applications.

The elastic properties, unidirectional strengths and toughness are shown in tables 1 to 3.

Table 1. Elastic material properties.

E1 (GPa)	E2=E3 (GPa)	G12=G13 (GPa)	G23 (GPa)	$\nu_{12}=\nu_{13}$	ν_{23}
169	8.5	4.98	4.98	0.212	0.44

Table 2. Fracture material properties: strength.

X_T (MPa)	X_C (MPa)	Y_T (MPa)	Y_C (MPa)	S_L (MPa)
2845	1594	51	244	78.2

Table 3. Fracture material properties: toughness.

G_{I+} (N/mm)	G_{I-} (N/mm)	G_{2+} (N/mm)	G_{2-} (N/mm)	G_6 (N/mm)
100	100	0.25	1	0.5

The mechanical properties of the interface elements used in the simulations are presented in Table 4.

Table 4. Mechanical properties of the interface elements used in the simulation.

N (MPa)	S (MPa)	G_I (J/m ²)	G_{II} (J/m ²)
51	78.2	600	900

4.2. Simulation of $[0, 90]_S$ without hole

Damage initiation in the specimen without hole is triggered by a slight section reduction of 1% in width in the center of the specimen. The plies at 90° start to

damage at a low load (525 MPa) in (2+) failure mode. Then, the damage is almost uniformly distributed and progressively increased. Even though, the effect in the modulus is hardly noticed. Also, the elements at the specimen edge are damaged due to edge effects, but no damage progression to the inner material occurs. Just before the final load (1380 MPa) is reached, a crack in (1+) mode perpendicular to fiber direction starts to grow in the 0° ply from the edges to the center. Finally, the resulting damage pattern can be seen in Figure 2.

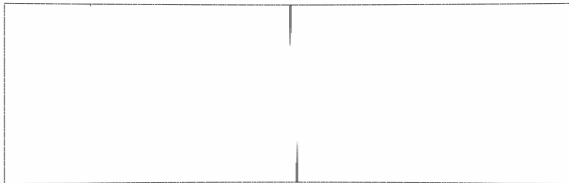


Figure 2. Intralaminar d_1 damage pattern (perpendicular to the fiber direction) in $[0,90]_s$ laminate without hole loaded in the horizontal axis..

4.3. Simulation of $[0,90]_s$ with hole.

Oppositely to the previous case, damage initiation in the pierced specimen is triggered by the stress concentration around the hole. The first elements at the hole are damaged at 195 MPa and then a matrix crack in (2+) failure mode progresses through the laminate. At 275 MPa, a sudden delamination occurs, as shown in Figure 4. In a subsequent step, a crack in (1+) failure mode follows the same crack band at 245 MPa until failure at 316 MPa.

Thus, an “H” damage pattern [7] with cracks of fiber failure growing parallel to the fiber direction appears, as described in Figure 3.

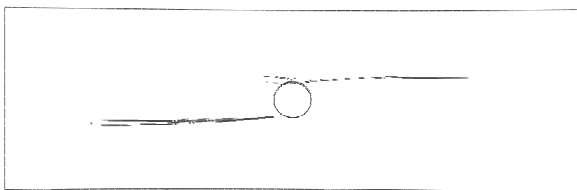


Figure 3. Intralaminar d_1 damage pattern (parallel to the fiber direction) in $[0,90]_s$ laminate with hole loaded in the horizontal axis.

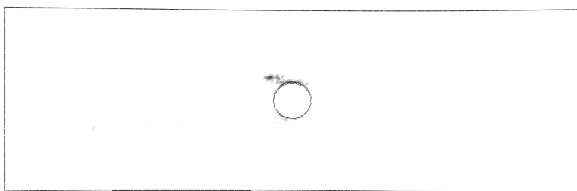


Figure 4. Interlaminar damage pattern in $[0,90]_s$ laminate with hole loaded in the horizontal axis.

A comparison of load-displacement curves obtained from the FE simulations is shown in Figure 5.

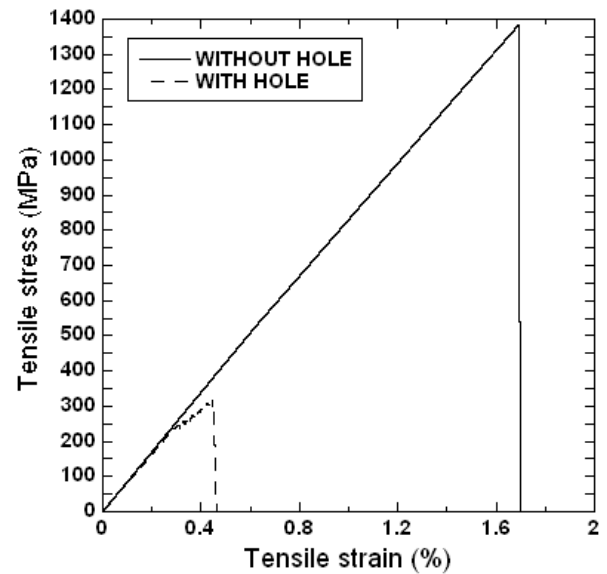


Figure 5. Load displacement curves for the different case studies

5. CONCLUSIONS

A general material degradation and failure mode has been implemented in ABAQUS, including in-plane intralaminar failure modes and delamination.

The application to $[0, 90]_s$ laminates with and without hole shows a significant drop of maximum force at failure, due to the stress concentration produced by the hole. Even more noticeable is the difference in failure mode: the laminate without hole fails due to cracks in fiber tension (1+) which grow perpendicular to the load direction, whereas the laminate with hole shows an “H” failure pattern, parallel to the load direction.

ACKNOWLEDGMENTS

The authors would like to thank the funding from Dirección General de Investigación (Ministerio de Educación y Ciencia de España) under the project MAT2006-02602 and Dirección General de Universidades (Comunidad de Madrid) under the program ESTRUMAT-CM (S-0505/MAT/0077).

REFERENCES

- [1] Cox, B., Yang Q., *In quest of virtual tests for structural composites*, Science, 314, 1102-1107, 2006.

- [2] Dávila, C.G., Camanho, P.P., Rose, C.A., *Failure criteria for FRP laminates*. J. Compos. Mater. 39, 323-345, 2005.
- [3] Maimí, P., Camanho, P.P., Mayugo, J.A., Dávila, C.G., *A continuum damage model for composite laminates: Part I-Constitutive mode*. Mechanics of Materials 39 897-908, 2007.
- [4] Bazant, Z.P., Oh, B.H., *Crack band theory for fracture of concrete*. Mater. Struct. 16, 155-177, 1983.
- [5] Maimí, P., Camanho, P.P., Mayugo, J.A., Dávila, C.G., *A continuum damage model for composite laminates: Part II-Computational implementation and validation*. Mechanics of Materials 39 909-919, 2007.
- [6] Dassault Systemes, *ABAQUS 6.7 User's Manual*, 2007.
- [7] Yang, Q., Cox, B., *Cohesive models for damage evolution in laminated composites*, International Journal of Fracture 133, 107-137, 2005.
- [8] Hallet, S.R., Jiang, W-G., Khan, B., Wisnom, M.R., *Modelling the interaction between matrix cracks and delamination damage in scaled quasi-isotropic specimens*, Composite Science and Thechnology 68, 80-89, 2008.

ANÁLISIS DEL COMPORTAMIENTO A IMPACTO-INDENTACIÓN DE MATERIALES POLIMÉRICOS MEDIANTE EL MÉTODO DE ELEMENTOS FINITOS

L. Aretxabaleta¹, J.I. Múgica¹, J. Aurrekoetxea¹, M. Mateos¹, G. Castillo¹, I. Urrutibeascoa¹, A.B. Martínez²

¹ Departamento de Mecánica y Producción Industrial,
Escuela Politécnica Superior de Mondragón Unibertsitatea,
C/Loramendi, 4,
20500 Mondragón. España
E-mail: laretxabaleta@eps.mondragon.edu

² Departament de Ciència dels Materials i Enginyeria Metal·lúrgica,
Centre Català del Plàstic, Universitat Politècnica de Catalunya,
C/ Colom, 114,
08222 Terrassa, España.

RESUMEN

El objetivo de este trabajo consiste en predecir la respuesta de materiales poliméricos sometidos a impacto-indentación mediante el programa de elementos finitos Abaqus/Explicit. En primer lugar se ha empleado un modelo de material resultante de un método de caracterización del polipropileno a impacto-tracción propuesto en trabajos previos. De los resultados se deduce que el comportamiento del material es sensible al tipo de sollicitación. En consecuencia, se ha caracterizado el polipropileno también bajo impacto-indentación. El módulo de elasticidad se ha obtenido mediante la aplicación de un modelo reológico. El resto de parámetros del modelo se han obtenido mediante diseño de experimentos. Se ha comprobado que las mejores correlaciones se obtienen mediante un modelo que presenta un máximo en la zona de respuesta plástica. Se concluye que para obtener mejores correlaciones es imprescindible emplear un modelo de material que describa su comportamiento en la descarga.

ABSTRACT

The main objective of this work consists in predicting the response of polymeric materials subjected to indentation-impact by finite element software Abaqus/Explicit. First, a material model based on a previously proposed tensile-impact characterisation method applied to polypropylene has been used. Results show that the material is loading-mode sensitive. Therefore, polypropylene has been characterised again, but this time based on indentation-impact tests. Elasticity modulus has been obtained by the application of a rheological model. The other model parameters have been obtained by a design of experiments. Best correlations are reached with a material model that shows a maximum in the plastic response zone. It is concluded that better correlations require the use of material models that include unloading behaviour.

PALABRAS CLAVE: Polipropileno, Método de elementos finitos, Impacto-indentación.

1. INTRODUCCIÓN

Los materiales plásticos son cada vez más utilizados en el sector de la automoción, en el que se requiere la combinación de unas buenas propiedades mecánicas con una baja densidad. Otros aspectos interesantes son su capacidad de disipación de energía, versatilidad en el diseño, posibilidad de reciclaje, y posibilidad de obtener un buen acabado superficial. Además, pueden ser reforzados con otros materiales como fibra de vidrio o de carbono para incrementar la relación propiedades mecánicas/peso.

A la hora de diseñar componentes de automoción, es imprescindible conocer el comportamiento a impacto del material del que están fabricados. El método de elementos finitos (MEF) permite predecir el

comportamiento de un componente frente a un impacto. Sin embargo, en el caso de los plásticos hay que prestar especial atención tanto a la caracterización, como al modelo de material empleado para describir su comportamiento [1].

En lo referente a la caracterización, ésta debe llevarse a cabo en condiciones similares a las que va a estar sometido el material. En trabajos previos se ha propuesto un método de caracterización basado en la técnica experimental de impacto-tracción instrumentado, que permite obtener las curvas tensión-deformación del material a velocidad de deformación constante (curvas *iso strain-rate*) [2,3]. El empleo de modelos de material sencillos, junto con las curvas *iso strain-rate*, han permitido obtener buenas correlaciones

numérico-experimentales de las curvas fuerza-tiempo [4,5].

Sin embargo, en la mayoría de los casos reales, las piezas son sometidas a estados tensionales complejos que provocan distribuciones no homogéneas de deformación y velocidad de deformación, dando lugar a una respuesta compleja del componente. Esta respuesta compleja puede dividirse en otras dos: Una respuesta estructural global, que generalmente suele ser de flexión y/o compresión en la que, además del material, influye en gran medida la geometría del componente; y una respuesta local debida a la indentación, en la que predomina la respuesta del material [6,7].

Para la caracterización de la respuesta local, se ha propuesto emplear un modelo reológico basado en la teoría de Hertz [7]. A partir de los parámetros de este modelo se puede obtener la rigidez E del material.

El objetivo de este trabajo consiste en simular ensayos de impacto-indentación mediante el MEF. De esta manera se desea comprobar la validez de las curvas *iso strain-rate* a la hora de simular otro tipo de solicitaciones de impacto. En caso de que los resultados no sean satisfactorios, se trata de determinar el comportamiento del material sometido a impacto-indentación mediante la aplicación de un modelo reológico y la correlación numérico-experimental de los resultados.

2. MATERIAL EMPLEADO Y TÉCNICAS EXPERIMENTALES

El material empleado es un polipropileno (PP) isotáctico homopolímero de grado inyección (SM6100K, Montell). Las probetas consisten en placas circulares inyectadas de diámetro 80 mm \times 4 mm de espesor. Tras la inyección, las probetas han sido sometidas a un recocido en una estufa a 130°C durante 2 h 30' para eliminar tensiones internas.

Los ensayos de impacto-indentación se han realizado en un equipo de ensayos por caída de dardo instrumentado comercial Dartvis de Ceast. Los ensayos consisten en dejar caer de manera guiada una masa conocida desde una altura determinada. Esta masa impacta sobre la probeta que se desea ensayar mediante un indentador de geometría determinada. La flexión de la probeta está restringida, ya que ésta se encuentra apoyada sobre una superficie rígida (en este caso, una placa de acero de 10 mm de espesor). El indentador, que se encuentra instrumentado, registra la evolución de la fuerza de contacto en función del tiempo. Durante el impacto, la probeta puede sujetarse mediante un dispositivo de anclaje neumático para minimizar los posibles efectos dinámicos. En la figura 1 se muestra un esquema de la configuración de los ensayos de impacto-indentación.

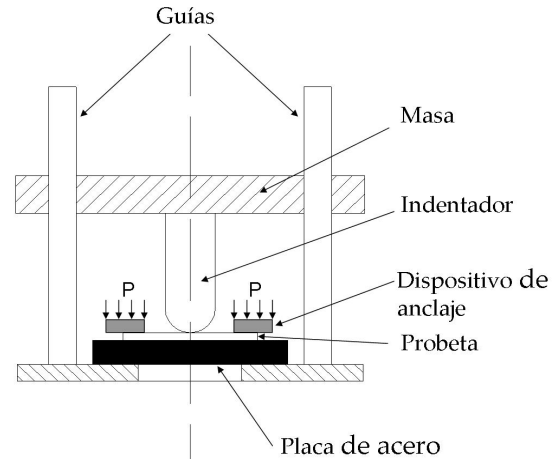


Figura. 1: Esquema de la configuración de los ensayos de impacto-indentación.

Como el área afectada por la indentación es muy pequeña comparada con las dimensiones de las probetas, cada una de ellas se ha dividido en ocho sectores, y en cada uno se ha llevado a cabo un ensayo de impacto-indentación.

En la máquina de impacto por caída de dardo, la velocidad de impacto depende de la altura de caída del impactor, la cual puede ajustarse mediante una regla situada en la propia máquina. La masa del impactor es de 0,7437 kg, y se ha empleado un indentador de geometría semiesférica y 12,7 mm de diámetro. La altura de caída se ha variado desde 5 mm hasta 100 mm, con incrementos de 5 mm. Cada uno de los ensayos se ha repetido en tres ocasiones para analizar su reproducibilidad, dando lugar a un total de 60 ensayos. La nomenclatura empleada es la siguiente:

- Las iniciales II se refieren al tipo de ensayo: impacto-indentación.
- El número que le sigue indica la altura de caída del impactor h , en mm.
- Entre paréntesis se indica el número de repetición del ensayo: (1), (2) o (3).

Así, el ensayo II 60 (2) corresponde a la segunda repetición del ensayo de impacto-indentación llevado a cabo desde una altura de caída del impactor de 60 mm.

3. MODELO DE ELEMENTOS FINITOS

Únicamente se han modelizado el impactor y la probeta. El resto de elementos (masas, guías, placa de apoyo etc.) no se han modelizado geoméricamente, pero se han tenido en cuenta a la hora de definir las condiciones de carga y contorno. En la simulación, se ha supuesto que el impacto ocurre en el centro de la probeta. Debido a la geometría cilíndrica tanto de la probeta como del impactor, se ha empleado un modelo axisimétrico simplificado. Debido a la diferencia de propiedades mecánicas entre el impactor de acero y la probeta de PP, el impactor se ha modelizado como una curva analítica

rígida. En cuando a la probeta, se ha mallado mediante elementos axisimétricos de cuatro nodos de integración reducida CAX4R [8].

Para describir el comportamiento a impacto del PP se ha empleado un modelo de material elasto-plástico con endurecimiento dependiente de la velocidad de deformación (EPVD), mostrado en la figura 2 [4]. El módulo de elasticidad es de 1,2 GPa, y el límite elástico de 54 MPa, y ambos son independientes de la velocidad de deformación. La elección de este modelo resulta de aplicar un método de caracterización propuesto previamente [2,3], basado en la técnica experimental de impacto-tracción instrumentado; dicho modelo se validó por comparación de los resultados experimentales de impacto-tracción con los obtenidos por simulación mediante el MEF [4].

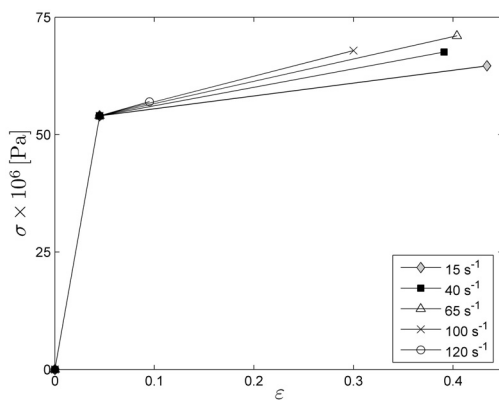


Figura 2: Modelo del material (EPVD).

El apoyo sobre la placa rígida se ha modelizado restringiendo el desplazamiento vertical de los nodos que definen la parte inferior de la probeta (figura 3, (1)); además, se han restringido el desplazamiento horizontal y la rotación de los nodos que componen el eje de axisimetría de la probeta (figura 3, (2)); por último, se ha impedido el desplazamiento horizontal y la rotación del punto de referencia de la superficie analítica rígida que representa el impactor (figura 3, (3)).

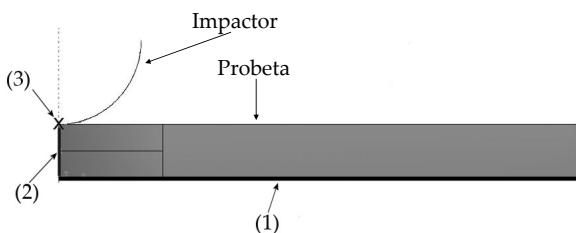


Figura 3: Condiciones de contorno del modelo de elementos finitos del ensayo de impacto-indentación.

El contacto entre el impactor y la probeta se ha modelizado mediante el algoritmo cinemático [8]. Como resultado de las simulaciones se ha registrado la evolución en el tiempo de la fuerza de reacción provocada por la presión de contacto en el punto de referencia del impactor.

4. RESULTADOS Y DISCUSIÓN

4.1. Resultados experimentales

En la figura 4 se muestran las curvas $F-t$ correspondientes a los tres ensayos de impacto-indentación realizados dejando caer el impactor desde una altura $h=5$ mm. Se aprecia que las curvas se encuentran desfasadas en el tiempo (figura 4a). Este desfase se debe a la presencia de distorsiones en la parte inicial y final de las curvas, y son producto del acomodamiento entre el impactor, la probeta y la superficie de apoyo. Para analizar la reproducibilidad de los ensayos, las curvas $F-t$ correspondientes han sido corregidas desplazándolas en el tiempo (figura 4b) de manera que la pendiente principal de la fase de carga de las tres quede superpuesta. El análisis de la reproducibilidad de los ensayos se ha llevado a cabo mediante tres parámetros: La fuerza máxima F_{\max} , el instante de tiempo en el que se alcanza dicha fuerza máxima $t_{F\max}$, y el tiempo de contacto total t_c . Las desviaciones máximas obtenidas en todos los ensayos han sido de un 5% en F_{\max} , un 11% en $t_{F\max}$ y un 7% en t_c , con lo cual se puede considerar que los ensayos de impacto-indentación presentan una buena reproducibilidad.

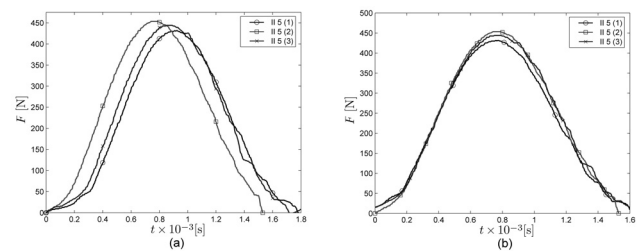


Figura 4: Curvas $F-t$ experimentales (a) sin corregir y (b) corregidas para $h=5$ mm.

En la figura 5 se superponen las curvas $F-t$ correspondientes a ensayos realizados desde alturas de caída comprendidas entre 5 mm y 100 mm. Se puede observar que F_{\max} aumenta y tanto $t_{F\max}$ como t_c disminuyen a medida que aumenta h .

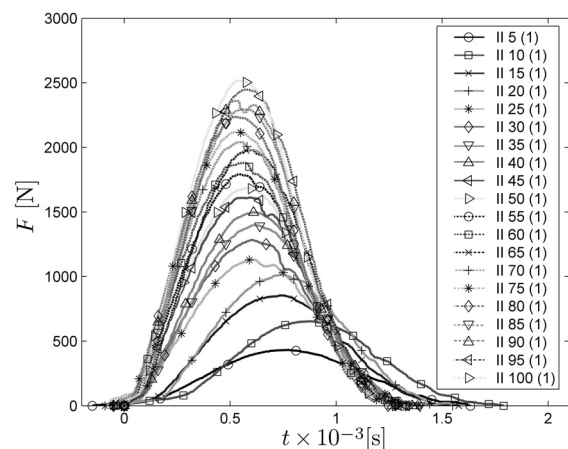


Figura 5: Evolución de las curvas $F-t$ experimentales en función de h .

4.2. Resultados numéricos y correlación

En la figura 6 se superponen las curvas $F-t$ correspondientes a las simulaciones de los ensayos de impacto-indentación llevados a cabo desde una altura de caída del impactor comprendida entre 5 mm y 100 mm. Si se comparan con las curvas experimentales, se observa que presentan un comportamiento similar en cuanto a la evolución de los parámetros $F_{\text{máx}}$, $t_{F\text{máx}}$ y t_c .

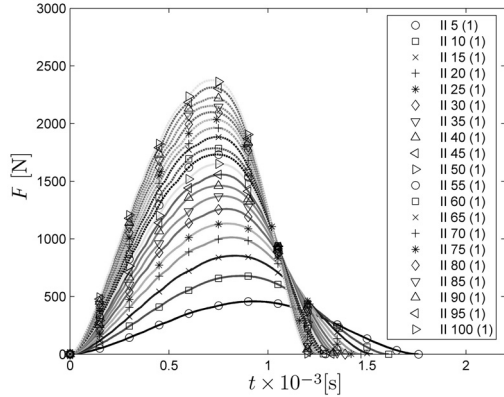


Figura 6: Evolución de las curvas $F-t$ en función de h .

En cuanto a los valores numéricos de $F_{\text{máx}}$ en función h , se observa que hay una buena correlación hasta una altura $h=40$ mm; a partir de dicha altura, los valores simulados comienzan a desviarse (figura 7).

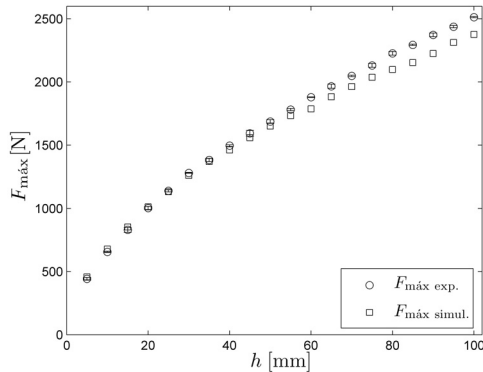


Figura 7: Correlación numérico-experimental de la evolución de $F_{\text{máx}}$ en función de h .

En la figura 8 se muestra la correlación numérico-experimental de $t_{F\text{máx}}$ y t_c en función de h . Se aprecia una buena correlación de t_c , aunque en el caso de $t_{F\text{máx}}$ los valores simulados son notablemente superiores a los experimentales, alcanzándose errores de hasta un 30%. Esto implica que las curvas simuladas, aunque coinciden con la experimentales en $F_{\text{máx}}$ y t_c , presentan su máximo desplazado notablemente hacia al derecha (figura 9). Este hecho se debe principalmente a que la pendiente inicial de las curvas simuladas es inferior a las experimentales.

En consecuencia, con vistas a mejorar la correlación numérico-experimental de las curvas $F-t$, se ha decidido volver a caracterizar el material, esta vez empleando un modelo reológico.

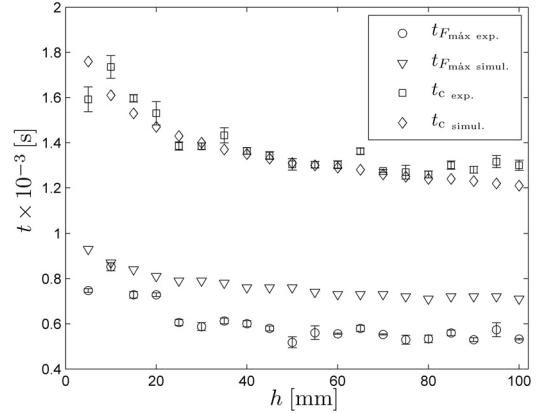


Figura 8: Correlación numérico-experimental de la evolución de $t_{F\text{máx}}$ y de t_c en función de h .

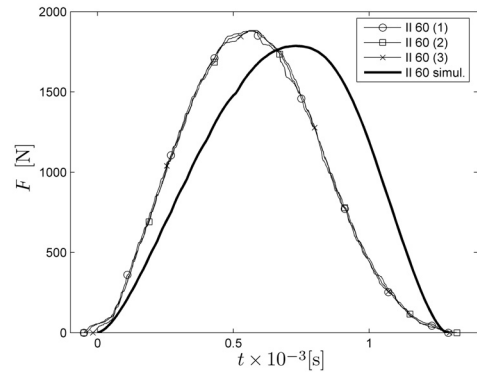


Figura 9: Correlación numérico-experimental de la curva $F-t$ para una altura de caída $h=60$ mm.

4.3. Aplicación del modelo reológico

La respuesta de materiales poliméricos sometidos a sollicitaciones de impacto-indentación puede describirse aplicando un modelo reológico basado en la teoría de contacto de Hertz [7]. Dicho modelo consta de una masa m , un muelle no lineal de constante K , y un amortiguador de constante C , asociados en serie (figura 10). Las ecuaciones correspondientes al modelo vienen dadas por las expresiones (1) y (2).

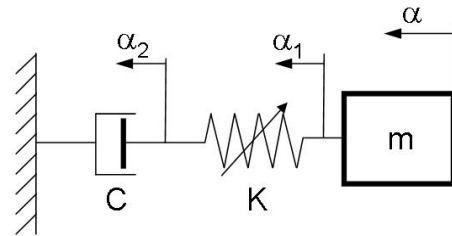


Figura 10: Modelo reológico basado en la teoría de Hertz [7].

$$m \ddot{\alpha} = -K \alpha_1^{3/2} = -C \dot{\alpha}_2 \quad (1)$$

$$\alpha = \alpha_1 + \alpha_2 \quad (2)$$

La resolución de las ecuaciones del modelo permite obtener los parámetros K y C mediante el ajuste con las curvas experimentales. El ajuste se realiza en base a dos

parámetros: la fuerza máxima $F_{\text{máx}}$, y el coeficiente de restitución CR , calculado a partir de la expresión (3) [9].

$$CR = \frac{\int_0^t F \cdot dt}{m \cdot v_0} - 1 \quad (3)$$

Una vez conocida K , se aplica la teoría de Hertz para describir el contacto entre una esfera elástica de radio R e isotrópica con un semiespacio plano (ecuación (4)), y a partir de ella se obtiene el módulo de elasticidad del material sometido a impacto-indentación, E_{probeta} .

$$K = \frac{4\sqrt{R}}{3} \left(\frac{1 - \nu_{\text{ind}}^2}{E_{\text{ind}}} + \frac{1 - \nu_{\text{probeta}}^2}{E_{\text{probeta}}} \right)^{-1} \quad (4)$$

En la tabla 1 se muestran los valores experimentales y ajustados de CR y $F_{\text{máx}}$ para el ensayo correspondiente a una altura de caída $h=30$ mm, así como las constantes K y C del modelo reológico y el módulo de elasticidad E correspondiente del PP sometido a impacto-indentación. Se observa que el módulo de elasticidad presenta un valor de 2,85 GPa, mayor que el doble del módulo obtenido a partir de los ensayos de impacto-tracción (1,2 GPa).

Tabla 1: Valores de los parámetros del modelo reológico y módulo de elasticidad correspondiente.

Ensayo	CR	$F_{\text{máx}}$ [N]	K , $\left[\frac{\text{N}}{\text{m}^{\frac{2}{3}}}\right]$	C , $\left[\frac{\text{N}\cdot\text{s}}{\text{m}}\right]$	E , [GPa]
II30	0.58	1279.3	333050000	6234	2.85

Por lo tanto, queda demostrado que el comportamiento a impacto-indentación es totalmente diferente al de impacto-tracción, y en consecuencia, es necesario definir un nuevo modelo de material para poder simular adecuadamente este tipo de solicitaciones.

4.4. Diseño de experimentos (DOE) para obtener la ley de comportamiento del material mediante el MEF

La definición de un nuevo modelo de material que describa el comportamiento a impacto-indentación del PP, además de un nuevo valor de E , requiere del conocimiento del comportamiento plástico. Por ello, se ha propuesto llevar a cabo DOE basado en el MEF que permita determinar un modelo elasto-plástico sencillo. Se ha escogido un valor de módulo de elasticidad $E=2,85$ GPa, correspondiente a $h=30$ mm. A partir de dicho valor, se ha propuesto un modelo elasto-plástico con dos pendientes en la zona plástica (figura 11), y se ha realizado un DOE factorial completo a tres niveles cuyos parámetros se muestran en la tabla 2. Los valores de los parámetros se han escogido a partir de los datos obtenidos en las curvas *iso strain-rate*.

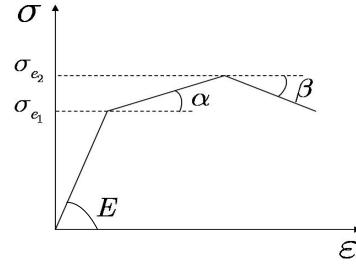


Figura 11: Modelo elasto-plástico y parámetros propuestos para el DOE.

Tabla 2: Niveles de los parámetros del DOE.

Parámetros	σ_{e1} [MPa]	σ_{e2} [MPa]	α [MPa]	β [MPa]
Nivel 1	44	59,4	260	390
Nivel 2	54	64,8	520	0
Nivel 3	64	70,2	780	-390

4.5. Correlación numérico-experimental y modelo de material

En total se han llevado a cabo 81 simulaciones. En la figura 12 se muestra el modelo que ha permitido obtener una mejor correlación. Se observa que el límite elástico óptimo a indentación (44 MPa) es inferior al obtenido por impacto-tracción (54 MPa). Además, se observa un máximo en la zona de respuesta plástica, para un valor de tensión de 59,4 MPa.

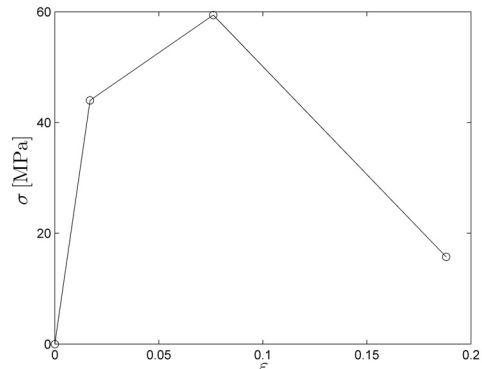


Figura 12: Modelo obtenido mediante DOE.

En la figura 13 se muestra la mejor correlación numérico experimental obtenida, y se superpone el resultado de la simulación con el modelo basado en las curvas *iso strain-rate*. Se observa que la correlación numérico-experimental con el modelo basado en el DOE es muy buena hasta un valor de fuerza de 1000 N. A partir de dicho valor aparecen unas oscilaciones que desplazan el máximo de la curva hacia la derecha. Esto puede atribuirse al cambio brusco de pendiente en el punto máximo del modelo de material, que introduce discontinuidades en el estado tensional de los elementos. El valor de $F_{\text{máx}}$ se predice con exactitud, y el t_c simulado es ligeramente inferior, lo cual se atribuye a que la descarga en la curva $F-t$ del modelo basado en el DOE se produce con una pendiente más pronunciada que la de la curva experimental.

Si se comparan los resultados de ambas simulaciones con el experimental, se aprecia que con el modelo procedente del DOE la mejora es notable en la

pendiente inicial de la curva, así como en el valor de $t_{F\text{máx}}$. Sin embargo, la pendiente de descarga en el modelo basado en las *iso strain-rate* se parece más a la experimental.

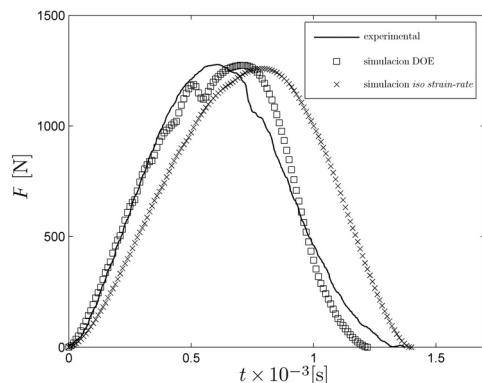


Figura 13: Correlación numérico-experimental de las curvas $F-t$ con el modelo procedente del DOE y con el procedente de las curvas *iso strain-rate*.

Por lo tanto, una mejora de la correlación numérico-experimental con el modelo de material basado en el DOE pasaría por suavizar los cambios de pendiente del modelo, así como por describir el comportamiento del material durante la descarga.

5. CONCLUSIONES Y LINEAS FUTURAS

Las curvas *iso strain-rate*, junto con la utilización del modelo EPVD, son válidas para predecir mediante el MEF los valores de $F_{\text{máx}}$ y t_c de los ensayos de impacto-indentación sobre PP. Sin embargo, los valores simulados de $t_{F\text{máx}}$ son mayores que los experimentales. Esto es debido a que la pendiente inicial de la curva $F-t$ simulada es inferior que la experimental. La diferencia de pendiente se debe a que la rigidez del PP es muy diferente en impacto-tracción y en impacto-indentación.

Se ha obtenido un nuevo valor de E del PP a impacto-indentación mediante un modelo reológico basado en la teoría de Hertz. Dicho valor es mayor que el doble del obtenido mediante las curvas *iso strain-rate*.

La aplicación de un DOE ha permitido determinar el modelo de material óptimo para el PP sometido a impacto-indentación, dentro de los parámetros y niveles establecidos. Dicho modelo presenta un límite elástico inferior que el de las curvas *iso strain-rate*. Además, presenta un máximo en la zona de deformación plástica. La correlación numérico-experimental de las curvas $F-t$ presenta mejoras tanto de la pendiente inicial, como del valor de $t_{F\text{máx}}$. Sin embargo, aparecen unas oscilaciones asociadas a los cambios bruscos de pendiente del modelo. Además, la pendiente de la curva $F-t$ durante la descarga es más pronunciada que la experimental.

Como líneas futuras, se plantea la necesidad de afinar el modelo de material realizando un nuevo DOE que permita reducir las oscilaciones de la curva $F-t$ simulada, tomando como punto de partida el óptimo

obtenido en este trabajo. Además, se tiene que comprobar la validez del modelo en todo el rango de alturas de caída analizado experimentalmente. Por último, con vistas a obtener una buena correlación de las curvas $F-t$ en la descarga, se plantea la necesidad de emplear un modelo de material más complejo que describa adecuadamente dicho comportamiento.

AGRADECIMIENTOS

Los autores desean agradecer al Gobierno Vasco por la financiación a través de los programas de Becas para Formación de Investigadores y de Investigación Básica y Aplicada (proyecto PI2003-13).

REFERENCIAS

- [1] Dean, G. y Read, B., *Modelling the behaviour of plastics for design under impact*, Polymer Testing 20 (2001) 677-683.
- [2] Aretxabaleta, L., Aurrekoetxea, J., Urrutibeascoa, I. y Sánchez-Soto, M., *Characterisation of the impact behaviour of polymer thermoplastics*, Polymer Testing 24 (2005) 145-151.
- [3] Aretxabaleta, L., Aurrekoetxea, J. y Urrutibeascoa, I., *Caracterización de materiales plásticos a altas velocidades de deformación: Extrapolación de resultados de tracción frente a resultados de impacto*, XXII Encuentro del Grupo Español de Fractura, Almagro, pp 310-314, (2005).
- [4] Aretxabaleta, L., Aurrekoetxea, J., Castillo, G., Mateos, M. y Urrutibeascoa, I., *Iso-strain rate material behaviour curves applied to the finite element impact simulation*, Polymer Testing (2007), doi:10.1016/j.polymertesting.2007.09.003.
- [5] Aretxabaleta, L., Aurrekoetxea, J., Urrutibeascoa, I., Mateos, M., y Castillo, G., *Simulación de ensayos de impacto-tracción sobre probetas de plástico mediante el método de elementos finitos*, XXIV Encuentro del Grupo Español de Fractura, Burgos, pp 251-256, (2007).
- [6] Sánchez-Soto, M., Martínez, A.B., Santana, O.O. y Gordillo, A., *On the application of a damped model to the falling weight impact characterization of glass beads-polystyrene composites*, Journal of Applied Polymer Science 92 (2004) 1271-1284.
- [7] Sánchez-Soto, M., Gonzalo, G., Jiménez, O., Santana, O. O. y Martínez, A.B., *Impacto de baja energía de un laminado epoxi-fibra de carbono*, XX encuentro del Grupo Español de Fractura, Benicassim, pp . 349-354, (2003).
- [8] Hibbit, Karlsson and Sorensen, ABAQUS Analysis Users Manual, Version 6.5, Pawtucket, Rhode Island (1998).
- [9] Martínez, A.B., Agullo, J., et al. *Impacto de baja energía de composites de poliestireno*, Actas del IV Congreso Nacional de Materiales Compuestos, Gijón, pp. 42-78, (2001).

MATERIALES AUTORREPARANTES

C. Elizetxea, M. A. Mendizabal, S. Flórez, C. Jiménez y A. M. Irisarri

INASMET – Tecnalia. Mikeletegi Pasealekua 2. 20009 SAN SEBASTIÁN
airisar@inasmet.es

RESUMEN

El presente trabajo presenta el Estado del Arte actual en la producción de los denominados materiales autorreparantes poliméricos. Se analizan las dos vías propuestas para la autorreparación de materiales poliméricos; la de encapsulado de adhesivo y la térmica. La primera de ellas consiste en encapsular una serie de “almacenes” de adhesivo, distribuidos lo más homogéneamente a lo largo del material, de forma que cuando la grieta alcanza uno de ellos éste pasa a liberar el adhesivo que, juntamente con un catalizador, cierra la grieta y polimeriza el material aportado. La vía térmica utiliza una metodología diferente. La matriz polimérica está formada por la solución sólida de un polímero termoplástico y otro termoestable. En este caso, cuando se detecta el daño, la reparación se efectúa calentando. Este calentamiento es capaz de elevar la temperatura por encima de la de fusión del material termoplástico que, en consecuencia, se funde y fluye hacia las zonas dañadas, sellando las grietas existentes y restaurando, la integridad perdida del componente.

ABSTRACT

This paper presents the State of the Art in the development of the so called self healing materials. The two proposed ways to repair the damaged polymeric materials are analysed; the microencapsulation of adhesive and the thermal one. The first one consists in encapsulating small spheres of adhesive, homogeneously distributed across the material. This way when a propagating crack hits one sphere, this is broken, delivering the adhesive to the crack which is closed and polymerised by the action of a catalyser. The thermal via is based in a different methodology. In this case matrix is formed by one thermoplastic and one thermoset polymers. When damage is detected repair is carried out by heating. This heating melts the thermoplastic material, which flows to the crack, closing it and restoring the lost integrity of the component.

PALABRAS CLAVE: Materiales Autorreparantes. Polímeros. Adhesivos. Encapsulado. Vía térmica.

1. INTRODUCCIÓN

Un informe, ya clásico, repetidamente citado, publicado en 1982 por el National Bureau of Standard americano estimaba el coste anual de las fracturas de componentes y estructuras en Estados Unidos en la impresionante cifra de 120.000.000.000 dólares, lo que suponía nada menos que un 4% del Producto Interior Bruto de aquel año, cantidad muy superior a la que manejaban la gran mayoría de los Ministerios. Ello sin contar la pérdida de vidas humanas que provocan estos fallos, capítulo aún muchísimo más lamentable [1].

El panorama se torna aún más oscuro si se considera que el informe señalaba que esta enorme cantidad se vería notablemente incrementada si se incluyeran algunas otras partidas muy difíciles de valorar como son los daños provocados en otros equipos como consecuencia del fallo del primero, la necesaria parada de la instalación para proceder a la sustitución de los componentes dañados y la adopción de un diseño excesivamente conservador que conduce retirar de servicio algunos componentes perfectamente operativos por el temor a que se produzca un fallo inesperado.

Lo triste del caso es que en los más de 25 años que han transcurrido desde el momento de la publicación de este informe apenas se ha logrado una mejora muy ligera y, desgraciadamente, los accidentes siguen siendo noticia prácticamente diaria en los informativos. Fácilmente vienen a la memoria algunas roturas sumamente graves, ocurridos ya dentro del presente siglo, demostrando que todavía queda un largo camino por recorrer antes de que se convierta en realidad la disminución significativa del coste de las fracturas.

Si la situación es preocupante en materiales metálicos, que son capaces de admitir la presencia de grietas de un cierto tamaño en su seno (tolerancia al daño) sin provocar la rotura del componente, se torna realmente dramática en los materiales poliméricos, donde la presencia de cualquier grieta compromete seriamente su integridad. Esto, unido al hecho de que las grietas se pueden generar en zonas de difícil visibilidad, pasando inadvertidas, ha supuesto un serio freno para el uso de los materiales poliméricos en estructuras donde la aparición de un fallo puede acarrear consecuencias catastróficas. Así Staley y sus colaboradores [2] señalan varios casos de utilización restringida de los

materiales de matriz polimérica en componentes de responsabilidad por su incapacidad de soportar la presencia de grietas en su seno.

A la vista de esta situación surge la pregunta ¿Llegará el día en que las grietas se cierren sin ayuda externa antes de que alcancen un tamaño tal que provoque la rotura del componente? Esto parece una utopía pero ya sucede en la naturaleza. Cuando una persona sufre una pequeña herida el organismo reacciona inmediatamente con el fin de cerrar la brecha enviando las plaquetas necesarias para ello. Esto permite reparar el daño sin que, muchas veces, se precise emplear ninguna sustancia coagulante externa, ya que la proporciona el propio organismo.

En un intento de copiar de la naturaleza, y desarrollar un material capaz de reparar sin ayuda exterior el daño que ha sufrido, se han propuesto dos líneas de actuación en el caso de los materiales poliméricos; el encapsulado de un adhesivo que se libere a la grieta, cerrándola y la vía térmica en que la reparación se consigue mediante el calentamiento del material dañado. Se debe señalar que la razón para comentar exclusivamente el desarrollo de los materiales autorreparantes poliméricos se encuentra en el hecho de que los avances logrados en este sentido con materiales metálicos o cerámicos son sensiblemente menores.

2. VARIABLES A CONSIDERAR A LA HORA DE DESARROLLAR UNA METODOLOGÍA DE AUTORREPARACIÓN

Antes de entrar a discutir las dos vías propuestas para la autorreparación del daño conviene analizar la incidencia de una serie de variables sobre el éxito o el fracaso de esta labor. La primera variable que afecta a la capacidad de lograr una adecuada autorreparación del daño antes de que éste alcance una dimensión crítica es la propia naturaleza del material base. Efectivamente, cuanto más frágil sea éste menor será el tamaño crítico de grieta y la rotura se producirá antes de que haya podido actuar el agente reparador. También el agente regenerador juega un papel primordial en la capacidad de recuperación de las prestaciones perdidas del componente puesto que influye de una forma notoria sobre las propiedades que poseerá el material tras el proceso reparador. Si tras la reparación efectuada el componente no es capaz de operar de forma satisfactoria el proceso habrá fracasado aunque se haya conseguido cerrar las grietas existentes.

No es preciso señalar que una mayor cantidad de agente regenerador en el componente eleva la probabilidad de que la grieta tope con él en su progresión y aquél pueda cumplir su trabajo, cerrándola y restaurando la perdida integridad a la estructura. Sin embargo, este aumento de la cantidad del agente reparador (generalmente de una menor resistencia mecánica que el material base) puede provocar una disminución inadmisiblemente de la resistencia del componente. El objetivo debe ser lograr un material que posea la máxima cantidad de agente regenerador,

compatible con la obtención de una resistencia mínima aceptable.

También la obtención de una distribución homogénea del agente regenerador en el material base supone que existe una mayor probabilidad de que la grieta tope con él en el curso de su progresión y aquél pueda actuar, deteniendo su avance. Sin embargo, la obtención de esta distribución homogénea, tal y como se comentará con posterioridad, no se puede considerar una labor sencilla por lo que surge una nueva limitación en la aplicabilidad del método.

Una nueva limitación es la asociada con el grado de recuperación de la resistencia mecánica perdida que se consigue tras el proceso de autorreparación. En efecto, la acción del agente regenerador no debe circunscribirse al simple cierre de las grietas existentes sino que debe restaurar en la mayor medida posible la resistencia que poseía el material antes de sufrir el daño. Los métodos desarrollados hasta el momento tan sólo han conseguido una recuperación parcial de la resistencia perdida por lo que el componente reparado poseerá tan sólo una parte de la resistencia de partida. Por ello el éxito o fracaso de la operación vendrá condicionado por el hecho de que la resistencia que ofrezca el componente tras el proceso de autorreparación se considere o no admisible para el uso al que va destinado.

Un aspecto de interés es la posibilidad de seguir usando el componente o si la reparación efectuada tiene tan sólo un carácter de solución temporal. En el primer caso el material reparado debe ser capaz de detener el avance de una segunda que se genere en la misma zona. Dado que, como se ha comentado, la zona reparada poseerá, con casi completa seguridad, una resistencia inferior al material no dañado la probabilidad de que esta segunda grieta se genere en el mismo punto que la primera es muy elevada. Si a ello se une el riesgo de que el agente reparador disponible en esa zona se haya agotado en la primera reparación con lo que no podrá actuar contra la segunda grieta puede obligar a restringir el empleo de estos componentes hasta el momento en que se produce el primer agrietamiento y la consiguiente reparación. Si bien esto supone una indiscutible limitación también es cierto que representa un paso adelante muy importante al permitir el uso de unos materiales que actualmente se hallan proscritos por el peligro de rotura que conllevan.

A estas limitaciones, aplicables a ambos métodos de autorreparación se deben añadir algunas específicas de uno u otro. Así en el caso del encapsulado de adhesivo es necesario que el material con el que se fabriquen las cápsulas sea lo suficientemente tenaz para que no se rompan durante la manipulación pero, a su vez, no tanto como para que la grieta lo circunvale en su avance. En el caso de la vía térmica, dado que la regeneración se consigue mediante la aplicación de calor, el material base debe ser capaz de soportar este calentamiento y, si se quiere realizar la reparación in-situ, el componente llevar incorporado un dispositivo que aporte ese calor.

Todos estos comentarios evidencian las posibilidades que posee el desarrollo de un material polimérico autorreparante pero también sus limitaciones. Se ha de ser muy prudente, efectuando numerosas pruebas y comprobaciones, antes de pensar en utilizar este tipo de materiales en componentes cuya rotura puede tener consecuencias catastróficas.

3. MÉTODOS DE AUTORREPARACIÓN

Ya se ha señalado previamente que existen dos métodos de autorreparación del daño sufrido por el material; la del microencapsulado de adhesivo y la denominada vía térmica. Seguidamente se analizan brevemente aquellos aspectos más destacados de cada una de ellas.

3.1. Microencapsulado de adhesivo.

La vía de reparación del daño mediante la liberación del adhesivo, contenido en unas microcápsulas embebidas en el seno del un material polimérico termoestable, fue propuesta por los investigadores de la Universidad de Urbana-Illinois en Estados Unidos [3-7]. Como puede verse claramente el desarrollo de estos materiales es muy reciente. El poder autorreparante es conferido por la utilización de microcápsulas, que alojan en su interior un agente autorreparante (material adhesivo) y por un catalizador disperso en el seno de la resina epoxy que constituye el material base. La figura 1 extraída de la referencia bibliográfica [3] explica gráficamente como se produce la reparación del daño.

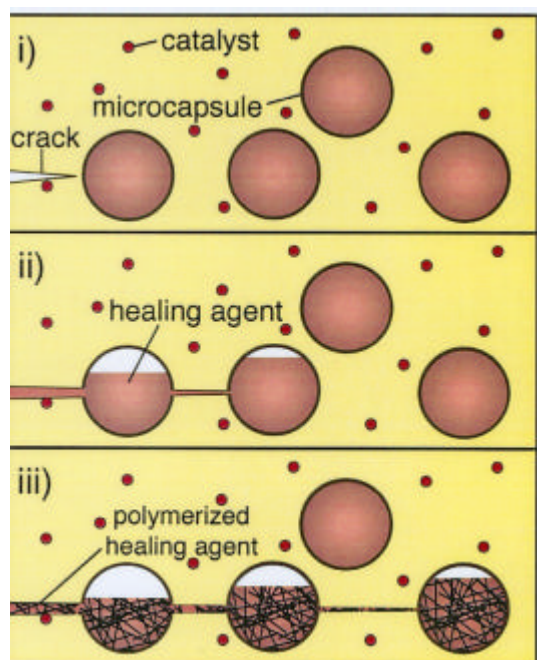


Figura 1. Esquema explicativo del proceso de autorreparación de un material polimérico

En la parte de la figura superior se observa la progresión de una grieta a través de la resina base que contiene el catalizador disperso en su seno. Se aprecia que se acerca a una de las microcápsulas que contiene el adhesivo. En el centro, la grieta ha seguido avanzando cortando dos de estas microcápsulas, liberando el adhesivo contenido en su interior que las cierra. Finalmente, el catalizador polimeriza el material aportado a la grieta y se produce el freno en su avance. La metodología de fabricación de estos materiales se halla patentada por sus creadores.

Conviene recalcar la absoluta necesidad de llevar a cabo un exhaustivo control tanto del proceso de síntesis como de los parámetros que intervienen en el mismo, tales como, por ejemplo, la temperatura, el pH, el tipo y la concentración de emulsificante. Este control es crucial para obtener las microcápsulas óptimas con el tamaño deseado. Así mismo, se debe señalar que la consecución de una distribución homogénea de estas microcápsulas a través de todo el espesor del componente no resulta una labor sencilla. Se ha observado que existe una tendencia a aglomerarse, en lugar de quedar unas independientes de otras, formando agrupaciones, lo que impide lograr la deseada distribución homogénea de las mismas.

Resulta evidente que la probabilidad de que la grieta encuentre una cápsula en su progresión se incrementa conforme aumenta la fracción volumétrica de éstas y, a igualdad de esta variable, se reduce el tamaño de las mismas. La tabla 1 extraída de la referencia [7] presenta el efecto ejercido por la fracción volumétrica y el tamaño de las microcápsulas sobre los valores del módulo de Young y de la resistencia a la tracción de un material polimérico termoestable fabricado con una resina epoxy.

Tabla 1. Efecto de la fracción volumétrica y el tamaño de las microcápsulas sobre los valores del módulo de Young y la resistencia a la tracción.

f. v. (%)	d (μm)	E (GPa)	R. T. (MPa)
0	-	3.4±0.1	39±4
6	50±20	3.2±0.1	22±5
6	180±40	3.2±0.1	24±3
11	180±40	3.1±0.2	20±4
17	180±40	2.8±0.1	20±2
22	180±40	2.7±0.1	18±2
28	180±40	2.6±0.1	14±1
33	180±40	2.4±0.1	14±2

Esta tabla revela algunos aspectos que merecen ser comentados. En primer lugar, como era lógico prever, un aumento de la fracción volumétrica de microcápsulas conduce a una disminución tanto del módulo de Young como de la resistencia a tracción. El efecto sobre este último parámetro es especialmente acusado cuando se introducen las primeras para luego apenas detectarse efecto cuando su fracción volumétrica se triplica. Este es

un dato a ser tenido muy en cuenta ya que una mayor fracción volumétrica de microcápsulas supone una mayor probabilidad de que la grieta corte a una de ellas en el curso de su propagación y el daño pueda ser regenerado con mayor facilidad. No obstante, el número de datos experimentales es muy reducido y el intervalo de variación de los valores amplio para poder llevar esta conclusión a definitiva. El módulo de Young también evoluciona en el mismo sentido aunque la disminución de rigidez que produce la introducción de las cápsulas no llega al 6% y es por tanto menos notable que la disminución de resistencia mecánica que induce esta incorporación de las cápsulas.

Existe en esta tabla un segundo dato que, de confirmarse tras realizar mayor número de ensayos, parece favorable. Es el referente a la influencia ejercida por el tamaño medio de las partículas sobre ambos parámetros. Un aumento del tamaño de 50 a 180µm no afecta al módulo de Young e, incluso, eleva la resistencia mecánica. Unas partículas más grandes resultan, en principio, más fáciles de manipular en el proceso de fabricación por lo que su uso representa una ventaja. Un riesgo potencial se hallaría en la posibilidad de que si bien las partículas más gruesas apenas disminuyen la rigidez y aumentan la resistencia mecánica puedan ejercer un efecto negativo sobre la tenacidad.

Como se ha señalado, no sólo es la resistencia mecánica la propiedad a tener en cuenta a la hora de valorar la eficacia del proceso de reparación sino que la tenacidad del material reparado jugará un importante papel en la probabilidad de que una segunda grieta se genere en ese mismo punto y se propague con una mayor o menor facilidad. Para tener una valoración cuantitativa de esta probabilidad se ha definido la eficiencia de regeneración como el cociente entre el valor del factor de intensidad de tensiones del material reparado y el del virgen [4]. En primer lugar se ha valorado el efecto asociado con la inclusión de las microcápsulas, observándose que lejos de disminuir la tenacidad la incrementan llegando a un máximo que supone el 127% de la tenacidad que posee el material sin cápsulas. El aumento de la tenacidad con la fracción volumétrica de microcápsulas es progresivo, alcanzando un máximo, que corresponde a una mayor concentración de las mismas conforme se incrementa el tamaño de las mismas, para disminuir a continuación. El valor de este máximo es prácticamente idéntico para las cápsulas de 50 y 180µm, y tan sólo muy ligeramente menor para las de 460µm [7].

No sucede lo mismo cuando el estudio se centra en la eficiencia regeneradora de las cápsulas. En este caso, el material con las cápsulas de menor tamaño entre todos los estudiados (50µm), exhibe un aumento paulatino de tenacidad en tanto que aquél que posee otras mayores (180µm) presenta un valor máximo cuando la fracción volumétrica del 5%, para disminuir de forma acusada a continuación, pasar por un mínimo, alrededor del 10% de fracción volumétrica, y elevarse de nuevo para otras mayores. La tenacidad del material con cápsulas del

mayor tamaño supera a la medida para el material que incorpora las cápsulas más pequeñas hasta fracciones volumétricas del orden del 20% en que la tenacidad de uno y otro material resulta equiparable, aunque inferior al máximo que se alcanza para concentraciones del 5% en el que posee unas cápsulas de mayor tamaño. Estos resultados apuntan algunas tendencias interesantes, ya que las cápsulas de mayor tamaño se manipulan con mayor facilidad, si bien se requiere un volumen de datos sensiblemente mayor antes de poder garantizar que el material sigue realmente estas pautas.

Estos materiales no confían exclusivamente el proceso de regeneración del daño sufrido al adhesivo que se halla incluido en las microcápsulas sino que la adición de un **catalizador** contribuye activamente al proceso, acelerando la polimerización. Por tanto, es preciso que la cantidad de catalizador incorporada a la resina base sea la óptima. En la referencia [4] se analizó el efecto que ejerce la relación existente entre los contenidos del catalizador y del adhesivo sobre la eficiencia de la reparación efectuada por un proceso convencional. Se observó que un incremento de esta relación incrementa la eficiencia del proceso de reparación del daño. Otro factor que influye sobre la eficacia de la regeneración es el orden en que se realice la mezcla entre el catalizador, la resina del material polimérico base y el adhesivo que actúa como agente reparador. Conviene recalcar que, en el mejor de los casos la eficacia de la recuperación no alcanza el 80% por lo que, como era de temer, esta zona será más propensa a la generación de nuevas grietas y el adhesivo que debería detenerlas habrá sido empleado en la primera reparación, no hallándose ya disponible. Ésta es una limitación a ser tomada muy en cuenta a la hora de considerar la utilización de un material de este tipo.

Finalmente, existe otro aspecto importante a considerar antes de pensar utilizar estos materiales en componentes estructurales. El tiempo que es necesario que transcurra desde el momento en que se produce el daño hasta que se consiga una regeneración realmente eficaz debe ser lo suficientemente corto para evitar que la grieta, que entre tanto seguirá creciendo, alcance un tamaño crítico. En la referencia [4] se han realizado ensayos con diferentes tiempos de curado desde el momento en que se rompe la probeta por primera vez hasta que se ensaya la segunda tras haber mantenido en contacto las dos superficies de fractura sin ninguna carga aplicada. Se observa que es necesario que transcurran 10 horas entre ambos ensayos para que el grado de reparación sea apreciable (en torno al 55%), no apreciándose ningún efecto positivo digno de mención si los tiempos de curado son más largos. Por el contrario, cuando el tiempo de curado es más corto el porcentaje de recuperación decrece de forma notable, sobre todo para tiempos de curado muy breves. Éste es un aspecto que debe ser tenido muy en cuenta a la hora de valorar las prestaciones del material en servicio ya que difícilmente podrá permanecer un tiempo tan largo, sin carga, para permitir que se efectúe la reparación. De hecho, el objetivo perseguido con el desarrollo de estos

materiales es que la reparación se efectúe mientras el componente continúa operando y sin que el daño sufrido provoque la rotura catastrófica del mismo.

Existen variantes de esta metodología de liberación del adhesivo que la longitud del presente trabajo no permite analizar en profundidad. No obstante, se debe señalar que la Agencia Espacial Europea [8] está financiando un proyecto de investigación de la Universidad de Bristol para intentar regenerar las pequeñas grietas que surgen en los vehículos espaciales. La diferencia con respecto a la anterior metodología está que en este caso sólo un pequeño porcentaje de las fibras son huecas y contienen en su interior el adhesivo con lo que el efecto sobre la resistencia mecánica es menos acentuado. Estas fibras se fabrican de un material frágil con objeto de que se rompan fácilmente cuando la grieta alcanza ese punto, liberándose el agente adhesivo de una forma totalmente similar a la anterior. Según se señala los resultados que se han obtenido parecen altamente prometedores pero resta aún un largo camino por recorrer antes de que este tipo de materiales pueda incorporarse a componentes de responsabilidad.

3.2. Vía térmica.

La segunda posibilidad de autorreparación parte de un concepto totalmente diferente al anterior. En este caso la idea se basa en la regeneración del daño mediante la aplicación de calor. En este sentido los investigadores de la Universidad de California – Los Ángeles (UCLA) han creado un material al que denominan “Automend” que se regenera por sí mismo, sin requerir la acción de otro agente externo que no sea un calentamiento a una temperatura del orden de 120° C [9].

Esta metodología presenta dos limitaciones adicionales respecto a aquella que confía la regeneración a la acción del adhesivo incluido en las microcápsulas dispersas en la matriz. La primera de ellas se halla en la necesidad de detectar el daño ya que la recuperación en la mayoría de los casos no se puede efectuar de forma automática como sucedía en el caso de la liberación del adhesivo. A ello hay que añadir la necesidad de aplicar calor para recuperar el material. En los componentes que operan a una temperatura del orden de aquella la que se produce la regeneración o sufren calentamientos periódicos (es el caso de algunos componentes electrónicos) el proceso se puede producir de forma espontánea en el curso de su trabajo. Sin embargo, en otros casos, por ejemplo en las estructuras aeronáuticas, esto requiere que sea el propio componente el que lleve incorporado el dispositivo de calentamiento o retirarlo para poder aplicar el calor en una instalación adecuada. En este último supuesto es absolutamente necesario que el material base posea una elevada tolerancia al daño para soportar la presencia de una grieta en su seno en el tiempo que transcurre entre dos operaciones de mantenimiento.

El ideal sería poder aplicar esta metodología de recuperación del daño combinada con un sistema que

detectara la aparición del mismo y promoviera las medidas para repararlo. Es evidente que un material que incluya en su seno los mecanismos necesarios para desencadenar las acciones de detección y reparación del daño constituirá un notable avance pero está lejos de constituir un desarrollo sencillo. El uso de los sensores inteligentes o de sistemas eléctricos parecen alternativas atractivas a los actuales métodos de detección de daño. De esta forma se podría conseguir una detección más fiable del daño provocado en el material y se habría dado un importante paso adelante en la labor de garantizar la integridad de la estructura.

No obstante, restaría aún la segunda parte de la acción, esto es, la reparación del daño detectado mientras el componente continúa en servicio. Esta labor no se puede considerar sencilla y su éxito depende de la habilidad que posea el operario que lleve a cabo. El desarrollo de una metodología de autorreparación constituye, por este motivo, un importante avance para garantizar una operación segura del componente. Una ventaja adicional se halla en la disminución de costes de mantenimiento que conllevaría el empleo de una tecnología de este tipo.

En este sentido la solicitud de patente WO2005/066244 A2 [10], presentada por un grupo de investigadores de la Universidad de Sheffield (Reino Unido), corresponde a un material compuesto de matriz polimérica reforzado con fibras de carbono. La matriz está a su vez formada por una solución sólida de un polímero termoplástico y otro termoestable. El material compuesto se obtiene por laminado de capas reforzadas, estando las fibras de cada capa alineadas un cierto ángulo respecto a las de las capas contiguas.

Los dos polímeros que constituyen la matriz del material compuesto deben cumplir una serie de requisitos para poder conseguir el éxito buscado. No existen mayores restricciones acerca del material termoestable salvo que sea adecuado para incorporar las fibras de refuerzo en su seno. Mayores limitaciones existen a la hora de elegir el material termoplástico. Éste debe tener una temperatura de fusión claramente superior a la ambiente pero no tan alta para ocasionar el fallo térmico del termoestable. El ideal es que dicha temperatura se halle muy cercana a la de transformación vítrea (T_g) del material termoestable, no difiriendo de ésta, a ser posible, en más de 10° C. Por otra parte el material termoplástico debe ser totalmente miscible en el termoestable para obtener una mezcla homogénea, antes y después del curado, que retenga la estructura de este último. Se recomienda que el material termoplástico se halle en un porcentaje que oscila entre el 10 y el 30% del peso del conjunto de la matriz.

El proceso de difusión en estado sólido en que se basa la metodología de reparación es más rápido cuanto menor sea el peso molecular del material termoplástico. Sin embargo, la posibilidad de actuar en este sentido tiene un límite debido a que la resistencia mecánica de estos materiales se eleva conforme aumenta dicho peso. Por tanto, se debe alcanzar un equilibrio entre el deseo

de lograr la reparación más rápida y la necesidad de que el material posea suficiente resistencia. No obstante, son las dos consideraciones antes citadas las que restringen en mayor medida el abanico de materiales candidatos; la miscibilidad de uno en otro y el que la temperatura de fusión del termoplástico no difiera en exceso de la de transformación vítrea del termoestable. Será una vez se satisfagan estas dos condiciones cuando entren en juego las otras variables.

De acuerdo con un trabajo publicado por este grupo de investigadores [11] el material compuesto es capaz de recuperar de un 50 a un 80% su capacidad inicial de transferencia de carga. Éste es un punto que debe ser adecuadamente valorado puesto que incluso tras la reparación la zona dañada ya no será capaz de ofrecer unas prestaciones iguales a las del material virgen. No obstante, tampoco el otro método de autorreparación logra una recuperación total de propiedades y queda a un nivel muy similar.

La acción de reparación del daño se efectúa tras la detección de éste, aplicando un calentamiento mediante algún tipo de dispositivo incorporado al material. Este calentamiento debe ser capaz de elevar la temperatura por encima de la de fusión del material termoplástico que, consecuentemente, se funde, y fluye hacia las zonas dañadas, sellando las grietas existentes y restaurando, en cierta medida, la integridad perdida del componente. El ideal es que el calentamiento se lleve a cabo en el menor tiempo posible para conseguir que el fallo sea reparado rápidamente. Sin embargo, este tiempo depende no sólo de la velocidad de calentamiento sino de la temperatura que es necesario alcanzar para la reparación y del peso molecular del polímero termoplástico utilizado (cuanto mayor más tiempo). El tiempo necesario para lograr la reparación puede ser tan corto, en el caso óptimo, como 5 minutos no debiendo rebasar una hora. Estos tiempos son menores que los requeridos para la reparación por la rotura de las microcápsulas que contienen el adhesivo y la liberación de éste a los labios de la grieta. Esto supone un punto a favor de este método de reparación.

Conviene indicar que la zona dañada puede calentarse haciendo circular una corriente a través de las fibras de carbono. Las fibras dañadas opondrán mayor resistencia al paso de la corriente y de acuerdo con la ley de Joule, sufrirán un calentamiento preferente, más acusado. Así se consigue que el calentamiento quede localizado en la matriz que rodea a la fibra dañada y, por tanto, la fusión del termoplástico se produce exclusivamente en la zona dañada.

INASMET-Tecnalia ha realizado pruebas con vistas a desarrollar sus propios materiales autorreparantes con unos resultados altamente esperanzadores aunque queda mucho camino aún por recorrer.

4. CONCLUSIONES

Se han analizado las posibilidades y dificultades del desarrollo de los materiales poliméricos autorreparantes por las dos vías; liberación de adhesivo y térmica. El estudio ha revelado las grandes ventajas que conllevaría la creación de un material capaz de regenerar sin ayuda exterior el daño que ha sufrido en servicio, recuperando las prestaciones perdidas.

Aún sin llegar a este extremo, la simple posibilidad de que el componente pueda seguir en operación hasta el momento de poder ser reparado con mayores garantías o sustituido por uno nuevo supondría un gran avance que debería permitir expandir el empleo de los materiales, poliméricos pudiendo ser utilizados en componentes de responsabilidad, campo que les está actualmente vetado.

Los resultados obtenidos son altamente esperanzadores y animan a proseguir en el esfuerzo, pero muestran también que aún queda un largo camino por recorrer.

REFERENCIAS

- [1] *The economic effects of fracture in the United States* U. S. Department of Commerce. National Bureau of Standards. Special Publication. (1982).
- [2] J. T. Staley, J. Lin y W. H. Hunt. *Advanced Materials and Processes*. (1997), 10, 17-20.
- [3] S. R. White, N. R. Sottos, P. H. Geubelle, J. S. Moore, M. R. Kessler, S. R. Siram, E. N. Brown y S. Viswanathan *Nature*. (2001) Vol. 409, 794-797
- [4] E. N. Brown, N. R. Sottos y S. R. White. *Experimental Mechanics*. (2002), Vol. 42, Nº 4, 372 -379.
- [5] M. R. Kessler, N. R. Sotos y S. R. White. *Composites. Part A* (2003), Vol. 34, 743-753.
- [6] E. N. Brown, M. R. Kessler, N. R. Sottos y S. R. White *J. Microencapsulation* (2003). Vol. 20 Nº 6, 719-730
- [7] E. N. Brown, S. R. White y N. R. Sottos. *Journal of Materials Science* (2004), Vol. 39, 1703-1710.
- [8] *Enabling self healing capabilities – a small step to bio-mimetic materials*. Materials Report Number 4476 ESA Technical Note (2006).
- [9] *Materials today* (2002) Vol. 5 Issue 5, 14
- [10] WO/2005/066244 *Self Healing Composite Material*.
- [11] S. A. Hayes, F. R. Jones, K. Marshiyi y W. Zhang. *Composites Part A* (2007) Vol. 38, 1116-1120.

CARACTERIZACIÓN A FRACTURA DE POLÍMEROS DÚCTILES MEDIANTE MÉTODOS BASADOS EN LA SEPARACIÓN DE LA CARGA

C. Rodríguez¹, M. Ll. MasPOCH², F.J. Belzunce¹

¹ Escuela Politécnica Superior de Ingeniería de Gijón, Universidad de Oviedo, Campus de Viesques, 33203 Gijón, España
e-mail: cristina@uniovi.es
Tfno: 985181951. Fax 985182055

² Centre Català del Plàstic. UPC. C/Colom 114, 08222 Terrasa

RESUMEN

En este trabajo se analiza la aplicabilidad de métodos alternativos, basados en la propiedad de separación de la carga, en la obtención de la curva J-R de los polímeros dúctiles mediante el uso de un número de ensayos muy reducido. Los métodos analizados son básicamente dos: el método de normalización de la carga, basado en la utilización de una función de deformación, H , que se supone tiene una determinada forma funcional, y un nuevo método, denominado S_{pb} , que está basado en las diferencias observadas en las curvas carga-desplazamiento mostradas por dos probetas de idéntica geometría pero con diferentes defectos iniciales (en una de ellas una grieta aguda que crece en el curso del ensayo y la otra una grieta roma que no llega a crecer). La aplicabilidad y precisión de cada método utilizado se analiza comparando las curvas J-R obtenidas con cada uno de ellos con las obtenidas experimentalmente utilizando el clásico método multiprobeta. Aunque los dos métodos demuestran ser aplicables, el método de normalización de la carga se revela como el más preciso siendo, además, el más sencillo de aplicar.

ABSTRACT

The applicability of load separation property based methods on determining J-R curves of ductile polymers is analysed in this work. Analysed methods are two: the load normalization method and the S_{pb} method. Load normalization method is based on the use of a plastic deformation dependent function which has an explicit functional form, H . S_{pb} method is based in S_{pb} parameter which was defined as the load ratio between two specimens, one with a growing crack and other with a fixed crack length. The obtained J-R curves have been compared with those experimentally calculated in order to study the applicability and precision of both methods. Although both methods are shown to be applicable, the load normalization method is the most precise and the easiest to apply.

PALABRAS CLAVE: Fractura elastoplástica, curvas J-R, propiedad de separación de la carga, método S_{pb} , copolímeros etileno-propileno.

1. INTRODUCCIÓN

El análisis del comportamiento a fractura de los polímeros dúctiles, se basa habitualmente en la determinación de su curva de resistencia al avance de las grietas, curva J-R, mediante la representación de la energía necesaria para que la grieta crezca (*integral J*) frente al tamaño de la misma, Δa .

Mientras que en el caso de otros materiales, como los metálicos, existen técnicas alternativas fiables que permiten obtener esta curva mediante el ensayo de un número muy reducido de probetas (método uniprobeta) [1], en el caso de los polímeros la determinación de esta

curva requiere, en la mayoría de las ocasiones, la realización de un elevado número de ensayos (método multiprobeta) con el consecuente coste asociado [2].

En este trabajo se analiza la aplicabilidad de métodos alternativos, basados en la propiedad de separación de la carga [3], que nos permitan obtener la curva J-R de los polímeros mediante el uso de un número de ensayos muy reducido. Los métodos analizados son básicamente dos: el método de normalización de la carga [4,5], basado en la utilización de una función de deformación, H , que se supone tiene una determinada forma funcional y el método denominado S_{pb} [6,7], basado en las diferencias observadas en las curvas carga-

desplazamiento mostradas por dos probetas de idéntica geometría pero con diferentes defectos iniciales (en una de ellas una grieta aguda que crece en el curso del ensayo y la otra una grieta roma que no llega a crecer).

La aplicabilidad y precisión de cada método utilizado se analiza comparando las curvas J-R obtenidas con cada uno de ellos con las obtenidas experimentalmente utilizando el clásico método multiprobeta.

2. EL PRINCIPIO DE SEPARACIÓN DE LA CARGA

El principio de separación de la carga permite expresar la carga aplicada a un sólido agrietado en el transcurso de un ensayo, como el producto de dos funciones totalmente independientes entre sí: una de ellas, $G(a/W)$, dependiente exclusivamente de la geometría de la probeta y la otra, $H(v_{pl}/W)$, de las propiedades en cuanto a deformación del material:

$$P = G\left(\frac{a}{W}\right) \cdot H\left(\frac{v_{pl}}{W}\right) \quad (1)$$

Donde a es la longitud de la grieta; v_{pl} la componente plástica del desplazamiento del punto de carga (DPC) y W el ancho de la probeta.

Esta propiedad puede estudiarse para un determinado material, geometría de probeta y condiciones de constricción mediante el parámetro S_{ij} [8] que se define como la relación, a desplazamiento plástico constante, entre las cargas soportadas por dos probetas con grietas romas y de diferente longitud:

$$S_{ij} = \frac{P_i\left(\frac{a_i}{W}, v_{pl_i}\right)}{P_j\left(\frac{a_j}{W}, v_{pl_j}\right)} \bigg|_{v_{pl}} = \frac{G\left(\frac{a_i}{W}\right) \cdot H\left(\frac{v_{pl}}{W}\right)}{G\left(\frac{a_j}{W}\right) \cdot H\left(\frac{v_{pl}}{W}\right)} \bigg|_{v_{pl}} \quad (2)$$

P_i representa la carga que soporta la probeta con una longitud de grieta a_i y P_j la correspondiente a la probeta con grieta a_j . a_i y a_j permanecen constantes durante el ensayo.

Si se cumple la propiedad de separación de la carga, podemos utilizar la expresión (1) en la ecuación (2) y el valor de S_{ij} debería de ser constante:

$$S_{ij} = \frac{G\left(\frac{a_i}{W}\right) \cdot H\left(\frac{v_{pl}}{W}\right)}{G\left(\frac{a_j}{W}\right) \cdot H\left(\frac{v_{pl}}{W}\right)} \bigg|_{v_{pl}} = \frac{G\left(\frac{a_i}{W}\right)}{G\left(\frac{a_j}{W}\right)} \bigg|_{v_{pl}} = cte \quad (3)$$

Bajo esta condición S_{ij} no depende del desplazamiento plástico sino sólo de las longitudes de las grietas a_i y a_j , de modo que analizando la variación de S_{ij} a lo largo de todo el ensayo podremos determinar la región en la que se cumple el principio de separación de la carga.

Basados en esta propiedad existen diferentes métodos que permiten calcular la curva J-R de un material a partir de un único registro carga-desplazamiento.

Uno de los más utilizados, y que ya se encuentra recogido en la normativa americana [1] como una posibilidad de cálculo de la curva J-R en el caso de materiales metálicos, es el denominado método de normalización de la carga [4,5]. Como su nombre indica, este método consiste en normalizar la carga dividiéndola entre la función geométrica, $G(a/W)$, obteniendo así una carga normalizada, P_N , que es función únicamente del desplazamiento plástico:

$$P_{N_i} = \frac{P_i}{G\left(\frac{a_i}{W}\right)} = H\left(\frac{v_{pl_i}}{W}\right) \quad (4)$$

La función geométrica, G , depende del tipo de probeta [6], y su expresión para el caso de la probeta de flexión en tres puntos con una simple entalla lateral, SENB, es:

$$G\left(\frac{a_i}{W}\right) = B_N \cdot W \cdot \left(\frac{b_i}{W}\right)^{\eta_{pl}} \quad (5)$$

Donde B_N es el espesor neto, b_i el ligamento resistente y η_{pl} el factor de constricción que depende de la longitud de la grieta y que para el caso de probetas de acero con geometría SENB y grietas suficientemente largas ($a/W > 0.3$), toma un valor constante, $\eta_{pl} = 2[1]$.

Una vez conocida la variación de P_N en función del desplazamiento plástico, únicamente tendríamos que ajustar esos valores para obtener la función $H(v_{pl}/W)$, que en el caso de la norma ASTM E1280-05 [1] se ajusta a la expresión de cuatro parámetros propuesta por Joyce [4]:

$$H\left(\frac{v_{pl}}{W}\right) = \frac{a + b \cdot \left(\frac{v_{pl}}{W}\right) + c \cdot \left(\frac{v_{pl}}{W}\right)^2}{d + \left(\frac{v_{pl}}{W}\right)} \quad (6)$$

Obtenida la función H , dispondríamos de los valores de carga, desplazamiento y longitud de la grieta en cualquier punto del ensayo, lo que nos permitiría calcular la curva J-R del material.

No obstante, para ajustar la función H , es necesario conocer el valor de P_{N_i} (y por lo tanto de la longitud de la grieta) en varios puntos y, obviamente, en condiciones normales y con una única probeta solo

conocemos dos: las correspondientes al inicio y al fin del crecimiento. Para disponer de más puntos y basándose en el teórico enromamiento que las grietas sufren antes de comenzar a crecer, la norma propone elegir una serie de puntos 8al menos 10) aleatoriamente distribuidos en la hipotética zona de enromamiento (comprendida entre $v_{pl}/W=0.006$ y la carga máxima) y calcular su correspondiente longitud de grieta, a_i , aplicando la expresión de la línea de enromamiento propuesta por ASTM [1]:

$$a_i = a_0 + \frac{J_i}{2 \cdot m \cdot \sigma_{ys}} \quad (7)$$

Donde a_0 es la longitud inicial de la grieta, J_i el valor de la integral J en dicho punto, σ_{ys} el límite elástico del material y m es el parámetro de constricción, que en el caso de los aceros se toma igual a 1. No obstante, aun para las mismas condiciones de ensayo y tipo de probeta, el factor de constricción depende del tipo de material y, para el caso de los polímeros, su valor podría oscilar entre 0.5 y 2 [9].

Por su parte el método S_{pb} , basado en un parámetro semejante al S_{ij} pero en el que una de las grietas crece, se basa en comparar los registros gráficos carga-desplazamiento de dos probetas idénticas en cuanto a geometría general pero una con una grieta que crece en el proceso de carga y la otra con una entalla roma que no crece durante dicho proceso, analizando la relación de cargas que dichas probetas presentan para valores constantes del desplazamiento:

$$S_{pb} = \frac{P_p(a_p, v_{pl})}{P_b(a_b, v_{pl})} \bigg|_{v_{pl}} \quad (8)$$

Donde P_p es la carga aplicada a la probeta agrietada y a_p su longitud de grieta y P_b es la carga aplicada a la probeta con entalla roma y a_b la longitud de dicha entalla.

Haciendo uso de la propiedad de separación de la carga la ecuación (8) nos quedaría:

$$S_{pb} = \frac{G_p\left(\frac{a_p}{W}\right)H\left(\frac{v_{pl}}{W}\right)}{G_b\left(\frac{a_b}{W}\right)H\left(\frac{v_{pl}}{W}\right)} \bigg|_{v_{pl}} = \frac{G_p\left(\frac{a_p}{W}\right)}{G_b\left(\frac{a_b}{W}\right)} \bigg|_{v_{pl}} \quad (9)$$

Al inicio del ensayo la grieta aguda no crece, por lo que el parámetro S_{pb} será constante y el hecho de que para un cierto valor de la carga el parámetro S_{pb} deje de ser constante estará relacionado con el crecimiento de la grieta en la probeta agrietada.

Por su parte y con independencia de las condiciones de constricción, es posible asumir que la función $G(a/W)$

(definida en (5) para la geometría SENB) tiene forma potencial, como fue propuesto para la determinación de los factores η_{pl} por Sharobeam y Landes [8]:

$$G\left(\frac{a}{W}\right) = cte \cdot \left(\frac{a}{W}\right)^\eta \quad (10)$$

Reemplazando la ecuación (10) en la (9), el parámetro S_{pb} resulta ser:

$$S_{pb} = \left(\frac{a_p}{a_b}\right)^\eta \bigg|_{v_{pl}} \quad (11)$$

Como puede observarse, la expresión (4) es la relación entre las longitudes de grieta y las relaciones de carga, por lo que a partir de ella, y conocido el valor de m , sería posible obtener la longitud de grieta en cada instante:

$$a_p = a_b \cdot \left(S_{pb} \big|_{v_{pl}}\right)^{1/\eta} = a_b \cdot \left(\frac{P_p}{P_b} \bigg|_{v_{pl}}\right)^{1/\eta} \quad (12)$$

Para determinar el parámetro η se deben utilizar los puntos del registro gráfico carga-desplazamiento para los cuales se conoce la longitud de la grieta. Esos puntos de calibración son los que corresponden a las longitudes de grieta inicial y final, en los cuales podemos calcular el parámetro S_{pb} del registro gráfico carga-desplazamiento. La primera parte de la curva (S_{pb}, v_{pl}), donde S_{pb} es constante corresponde con la longitud inicial de la grieta y el último punto del registro carga-desplazamiento con la longitud final.

Además, podríamos obtener un tercer punto basándonos en la ecuación (12) e imponiendo la condición de que, cuando el parámetro S_{pb} sea igual a la unidad ($S_{pb}=1$) es que la longitud de la grieta que crece acaba de igualar la longitud de la grieta roma [6]. Es decir, cuando $a_p=a_b$ las cargas son idénticas ($P_p=P_b$) y por lo tanto $S_{pb} = 1$. Esta condición es especialmente útil en aquellos casos en los que nos es posible determinar el punto del gráfico carga-desplazamiento correspondiente a la longitud final de la grieta, como por ejemplo en ensayos de tipo dinámico [7]. Para esos casos el parámetro η puede obtenerse con mayor precisión utilizando la longitud inicial de la grieta y el punto de calibración teórico obtenido de la condición de contorno anterior.

Tomando algoritmos en la ecuación (12) obtenemos la elución de una recta, que ajustaremos haciendo una regresión lineal con los puntos de calibración anteriormente definidos:

$$\log(S_{pb}) = \eta \log\left(\frac{a_p}{a_b}\right) \quad (13)$$

3. MATERIAL Y CARACTERIZACIÓN EXPERIMENTAL A FRACTURA.

El material utilizado en este trabajo ha sido un copolímero en bloque propileno-etileno con un porcentaje en peso de etileno del 12%, que había sido obtenido mediante un proceso de moldeo por inyección y que fue suministrado en forma de placas de 100x100x3mm³. En la tabla 1 se muestran las principales propiedades mecánicas a tracción del copolímero, correspondientes a probetas obtenidas tanto en la dirección de moldeo (MD) como en dirección perpendicular (TD).

Tabla 1. Propiedades mecánicas a tracción [10]

Dirección de las probetas tracción	E [GPa]	σ_E [MPa]
MD	1505	15.4
TD	1505	15.6

La caracterización convencional a fractura se realizó a temperatura ambiente, obteniéndose la curva J-R del material sobre probetas tipo SENB y por el método multiprobeta [2]. Para ello, a partir de cada placa y con una orientación L-T, se extrajeron 2 probetas idénticas, simétricas respecto al centro de la placa, con un ancho $W=20\text{mm}$ y una longitud total $L=88\text{mm}$. Se obtuvieron así un total de 10 probetas que posteriormente fueron entalladas en dirección perpendicular a la de moldeo.

Al objeto de aplicar el método S_{pb} , a una de las probetas se le practicó una entalla roma de 12.9 mm de longitud y un radio en la punta de 1.5mm, mientras que a otras 8 se les practicaron entallas mucho menos romas que posteriormente fueron agudizadas con la ayuda de una cuchilla hasta obtener una longitud final de aproximadamente 12mm. En la figura 1 Se observa un detalle de las probetas utilizadas en ambos casos.

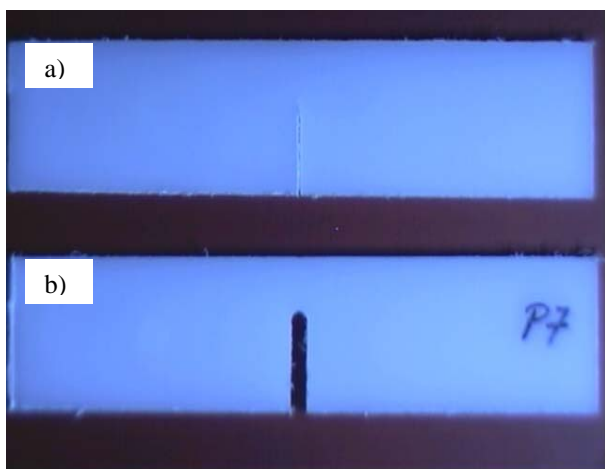


Figura 1. Probetas utilizadas en la caracterización a fractura del polímero: a) con entalla aguda, b) con entalla roma

Para obtener la curva J-R por el método multiprobeta, se siguieron las recomendaciones recogidas en para el ensayo de este tipo de materiales, de modo que con cada probeta de grieta aguda se obtuviera un punto de la curva J-R. Concluido el ensayo de cada probeta y al objeto de realizar una medida del crecimiento de la grieta lo más precisa posible, se procedió a marcar del frente de grieta aplicando pintura en spray. Una vez seca la pintura se procedió a la rotura de la probeta en dos partes y a la posterior medida del crecimiento de la grieta sobre la superficie de fractura con la ayuda de un proyector de perfiles NIKON. Por último, se procedió a corregir el efecto de la indentación de los apoyos en la probeta y de la flexibilidad de la máquina restando a los valores de desplazamiento obtenidos, los correspondientes a un ensayo de calibración realizado sobre una probeta sin entalla y sin posibilidad de flectar [2].

La figura 2 muestra la curva J-R característica de este material obtenida mediante el ajuste de los resultados experimentales mediante una ley del tipo $J=C_1 \cdot \Delta a^{C_2}$. En la figura también se señalan los valores de la integral J correspondientes a un crecimiento de grieta de 0.2mm ($J_{0.2}$) y al punto de corte de la curva con la línea de enromamiento (J_{B-L}), debiéndose tomar como valor representativo de J al inicio del crecimiento estable el menor de ambos valores, es decir, $J_{0.2}=J_{IC}$ [2]. Ambos valores también se recogen en la tabla 2.

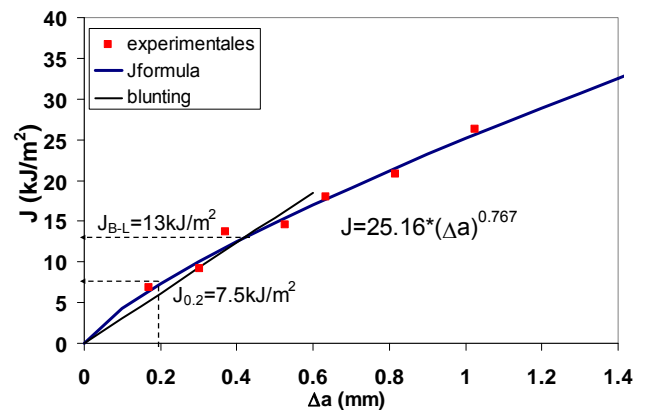


Figura 2. Curva J-R obtenida experimentalmente mediante el método multiprobeta

4. APLICABILIDAD DE LOS MÉTODOS DE NORMALIZACIÓN Y S_{pb}

La figura 3 muestra, a modo de comparación, las curvas J-R obtenidas experimentalmente y aplicando el método de normalización al registro carga-desplazamiento correspondiente a la probeta P6. Dicho ajuste se ha realizado utilizando diferentes valores de parámetro de constricción m (ecuación (7)) a la hora de calcular los puntos de calibración necesarios para el ajuste de la función H . Como puede observarse, la curva que

produce un resultado más ajustado es la correspondiente a un valor de $m=1$, proporcionando un valor de $J_{0.2}$ exactamente igual al de la curva experimental (tabla 2). No obstante, para valores de Δa superiores, la curva obtenida por normalización con $m=1$ proporciona unos valores de J ligeramente más elevados que la curva experimental.

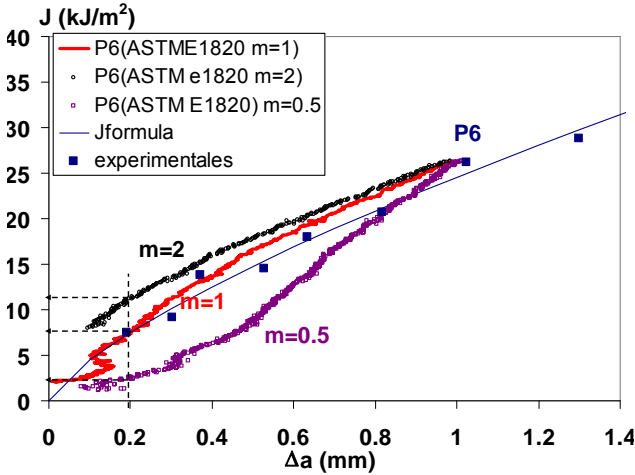


Figura 3. Curvas J-R obtenidas experimentalmente y aplicando el método de normalización de la carga con diferentes coeficientes m .

Además, como puede observarse en la figura 4 donde se comparan las curvas obtenidas aplicando el método de normalización con $m=1$ a dos probetas diferentes (P4 y P6), el comportamiento observado no depende en gran medida de la probeta utilizada en el ajuste.

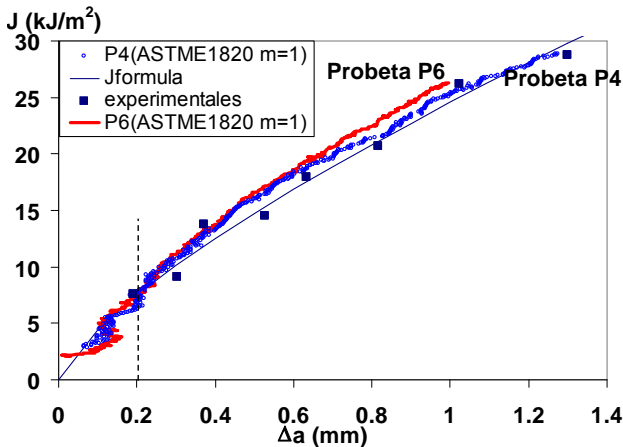


Figura 4. Curvas J-R obtenidas experimentalmente y aplicando el método de normalización de la carga con $m=1$ a dos probetas diferentes (P6 y P4)

Utilizando la misma probeta (P6) para analizar la aplicabilidad del método S_{pb} , la figura 5 muestra la curva J-R obtenida cuando los puntos utilizados para el ajuste de η son los correspondientes a las longitudes de grieta inicial y final.

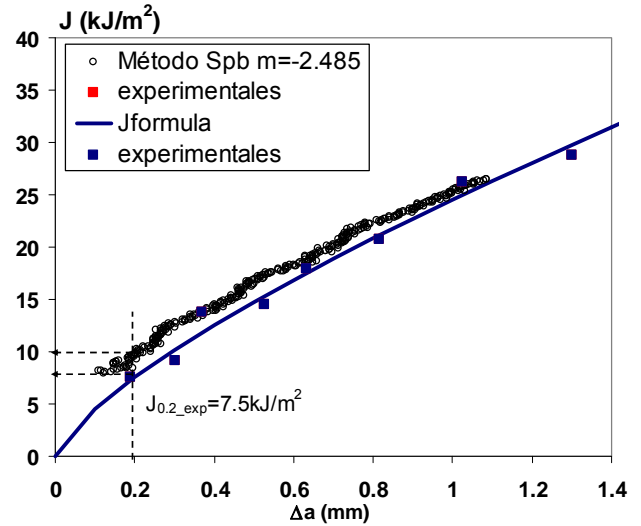


Figura 5. Curvas J-R obtenidas experimentalmente y aplicando el método S_{pb} .

Como puede observarse, el ajuste obtenido por este método no es tan bueno como el obtenido mediante el método de normalización con $m=1$, sobre todo en la zona de inicio del crecimiento, donde, por este método, se prevén valores de $J_{0.2}$ (tabla2) más elevados y, por tanto, menos conservadores. Señalar además que el factor $\eta=2.485$ aquí obtenido es ligeramente superior al obtenido por otros investigadores sobre probetas y materiales semejantes [10,11] y que este valor no varía mucho cuando se toma el tercer punto de calibración ($S_{pb}=1$, $a_p/a_b=1$)

Tabla 2. Valores de tenacidad obtenidos por los distintos métodos

Método utilizado		$J_{0.2}$ [kJ/m ²]
experimental		7.5
Normalización	$m=1$	7.5
	$m=2$	11
	$m=0.5$	2.5
método S_{pb}		10

5. CONCLUSIONES

En este trabajo se ha demostrado la aplicabilidad de dos métodos basados en la propiedad de separación de la carga en la caracterización a fractura de un copolímero etileno-propileno.

El método de normalización de la carga, ya recogido en la norma ASTM E1820-05 (A.15) para el caso de aceros, además de ser muy sencillo de aplicar demuestra ser muy preciso en la obtención del parámetro crítico de fractura $J_{0.2}$, cuando se utiliza un factor de constricción $m=1$ en el cálculo de los puntos de calibración intermedios.

En cuanto al método S_{pb} , además de resultar más laborioso de utilizar (requiere una probeta el ensayo de una probeta roma y el análisis de datos es más complicado) proporciona valores de tenacidad bastante alejados de los obtenidos experimentalmente, sobre todo en la zona inicial de la curva J-R.

Teniendo en cuenta todo ello, el método de normalización de la carga, propuesto en la norma ASTM E1820-05 resulta ser el idóneo en la caracterización a fractura de este tipo de materiales mediante métodos alternativos a los experimentales.

REFERENCIAS

- [1] ASTM E 1820-05. *Standard test method for measurement of fracture toughness*. ASTM standards (2005)
- [2] D.R. Moore, A. Pavan and J.G. Williams Edt. *Fracture mechanics testing methods for polymers, adhesives and composites*.ESIS publication 28. (2001)
- [3] Sharobeam M.H., LandesJ.D. *The separation criterion and methodology in ductile fracture mechanics*. Int J .of fracture, 47, 81-104 (1991).
- [4] Joyce, J.A., *Analysis of a high rate round robin based on proposed annexes to ASTM E 1820*, Journal of testing and evaluation, 329-351.
- [5] Landes, J.D., Zhou, Z., Lee, K. and Herrera, R. *Normalization method for developing J-R curves with the LMN function*. Journal of testing and evaluation, Vol 19, No. 4, pp 305-311 (1991).
- [6] Wainstein J., Vedia L.A, Cassanelli A.N. *A study to estimate crack length using the separability parameter Spb in steels*. Engineering fracture mechanics 70, 2489-2496, (2003)
- [7] Wainstein J., Frontini P.M., Cassanelli A.N., *J-R curve determination using the load separation parameter Spb method for ductile polymers* Polymer testing, 23, 591-598 (2004).
- [8] Sharobeam, M.H., Landes, J.D., and Herrera, R., *Development of eta factors in elastic-plastic fracture testing using a load separation technique*. Elastic-.plastic fracture test methods: The user's experience (second volume), ASTM STP 1114, (1991), 114-132.
- [9] Morhain J.I and Velasco J.I. *Determination of J-R curves of polypropylene copolymers using the normalization method*. Journal of materials science, 36, 1487-1499 (2001).
- [10] Gámez Pérez J. *Relación estructura-propiedades en placas y láminas de polipropileno y copolímeros en bloque etileno-propileno obtenidas por diferentes procesos de transformación*. Tesis doctoral. UPC (2006)

EDITORIAL	◆
CONFERENCIAS INVITADAS	◆
FRACTURA DE MATERIALES BIOLÓGICOS Y BIOMATERIALES	◆
FRACTURA DE MATERIALES CERÁMICOS Y PÉTREOS	◆
FRACTURA DE MATERIALES METÁLICOS	◆
FRACTURA DE MATERIALES POLÍMEROS	◆
FATIGA E INTERACCIÓN CON EL MEDIO AMBIENTE	◆
MÉTODOS ANALÍTICOS Y NUMÉRICOS	◆
SEGURIDAD Y DURABILIDAD DE ESTRUCTURAS	◆
TÉCNICAS EXPERIMENTALES	◆
APLICACIONES Y CASOS PRÁCTICOS EN INGENIERÍA	◆
ÍNDICE TEMÁTICO	◆
ÍNDICE DE AUTORES	◆

INFLUENCIA DEL ÁNGULO DE ENTRADA EN LA HILERA DE TREFILADO SOBRE LA FRAGILIZACIÓN POR HIDRÓGENO DE ACEROS DE PRETENSADO

M. Lorenzo¹, V. Kharin², J. Toribio²

¹ Departamento de Ingeniería Mecánica, Universidad de Salamanca
E. T. S. de Ingeniería Industrial, Avda. Fernando Ballesteros, 2 37700 Béjar (Salamanca).
Correo-e: mlorenzo@usal.es

² Departamento de Ingeniería de Materiales, Universidad de Salamanca
E.P.S., Campus Viriato, Avda. Requejo 33, 49022 Zamora

RESUMEN

Los aceros de pretensado son altamente susceptibles a la Fragilización por Hidrógeno (FH). En este proceso de fractura el estado tenso-deformacional residual producido por el proceso de trefilado juega un papel esencial, puesto que condiciona la acumulación de hidrógeno en determinadas zonas del material. De esta forma las variaciones producidas en este estado tenso-deformacional debidas a cambios en las condiciones del proceso de trefilado pueden modificar la vida en servicio de estos componentes estructurales. En este estudio se ha analizado el efecto en la Fragilización por Hidrógeno de uno de los parámetros del proceso de trefilado, el ángulo de hilera, mediante diversas simulaciones numéricas por el Método de los Elementos Finitos (MEF) considerando diferentes valores de este parámetro.

ABSTRACT

Prestressing steels are highly susceptible to Hydrogen Embrittlement (HE). Stress and strain states, produced by wire drawing process, play an essential role in this fracture process because stress and strains fields affect the hydrogen accumulation in specific places of the material. Therefore variations on stress and strain fields, due to changes in wire drawing process conditions could modify service life of these structural components. In this work the effect on Hydrogen Embrittlement of one parameter of the wire drawing process, the die angle, is analyzed by means of diverse numerical simulations by the Finite Element Method (FEM) where different values of die angle are considered.

PALABRAS CLAVE: Estado tenso-deformacional residual, trefilado, ángulo de hilera, Fragilización por Hidrógeno.

1. INTRODUCCIÓN

Los alambres de acero de pretensado, ampliamente utilizados en la ingeniería civil como elementos estructurales, se obtienen mediante un proceso de conformación plástica en frío denominado trefilado. Este proceso consiste en la reducción progresiva de la sección transversal del alambre al pasar por una matriz denominada hilera de trefilado. Durante este proceso se produce una distribución de deformaciones plásticas no homogéneas en las diferentes secciones transversales del material. De esta forma se puede considerar que el alambre conformado al final del proceso presenta un estado tenso-deformacional residual producido por el proceso de fabricación [1].

Estos estados tenso-deformacionales no son en ninguna medida despreciables [1,2,3], y en caso de aparecer tensiones de tracción en la superficie pueden causar la aparición de procesos de iniciación y propagación de fisuras por fatiga que pueden comprometer la integridad estructural del material durante su vida en servicio [4]. Por este motivo diversos estudios se han centrado en determinar mediante simulaciones por el Método de los Elementos Finitos (MEF) los estos estados tensionales producidos durante el proceso de fabricación [2,5].

Además de la importancia en la vida en fatiga de los aceros de pretensado, los estados tenso-deformacionales residuales pueden jugar un papel fundamental en el principal mecanismo de fractura en ambientes agresivos de estos aceros: la Fragilización por Hidrógeno (FH) [1,6-11]. La importancia radica en que, de acuerdo a las teorías universalmente aceptadas por la comunidad científica [6], el medio de transporte del hidrógeno en el interior del material depende del estado tenso-deformacional al que está sometido. Por este motivo las diferencias que aparecen en los estados tenso-deformacionales producidos durante el proceso de trefilado condicionan el comportamiento en fractura de estos componentes estructurales.

De esta forma el objetivo de este estudio es obtener los estados tenso-deformacionales producidos por tres procesos de trefilado distintos en los que se ha variado el ángulo de hilera, y a partir de ellos obtener las distribuciones de hidrógeno en el interior del alambre considerando el modelo de difusión asistida por el estado tenso-deformacional y, finalmente, con los resultados obtenidos poder determinar la influencia del ángulo de hilera sobre la Fragilización por Hidrógeno de los aceros de pretensado.

2. MODELIZACIÓN NUMÉRICA

Para poder determinar la influencia del ángulo de hilera en la fragilización por hidrógeno de los aceros de pretensado el estudio se ha dividido en dos subproblemas. El primero corresponde al análisis mecánico del estudio mediante la simulación del proceso de trefilado en un programa comercial (MSC.MARC) que implementa el MEF. Los resultados de esta simulación permiten conocer cuantitativamente el estado tenso-deformacional producido durante el proceso de trefilado. A partir de estos resultados se realiza la segunda simulación que corresponde al análisis químico del estudio. Este análisis consiste en la simulación del proceso de difusión asistida por el estado tenso-deformacional residual determinado en la simulación anterior. Los resultados de esta simulación permiten conocer cuantitativamente la concentración de hidrógeno presente en cualquier punto del material a lo largo del tiempo.

Para realizar la primera modelización hay que tener en cuenta que durante el proceso de trefilado el comportamiento de los dos elementos que forman parte del proceso es opuesto. Por un lado la hilera de trefilado no debe sufrir deformaciones plásticas en ningún instante del proceso. Por este motivo se suele utilizar materiales cerámicos con módulos de elasticidad y límites elásticos altos (e.g. CW, utilizado en este estudio con $E = 600$ GPa). Por otro lado, el alambre trefilado debe sufrir deformaciones plásticas que permitan obtener al final del proceso el alambre con las dimensiones deseadas. Por tanto el estudio planteado consiste en un análisis elastoplástico de un problema de contacto entre dos cuerpos deformables (la hilera de trefilado y el alambre de acero). Debido a la simetría de revolución de ambos cuerpos es posible reducir las geometrías 3D a un problema axisimétrico imponiendo desplazamientos impedidos en el eje de revolución del alambre.

Teniendo en cuenta estas consideraciones se ha realizado la simulación del primer paso de un proceso de trefilado de un acero comercial de composición eutectoide. En esta etapa de trefilado, esquematizada en la figura 1, se reduce un alambre de acero, cuya curva de comportamiento se muestra en la figura 2, de diámetro inicial, $d_{i-1} = 11.03$ mm, hasta un diámetro final $d_i = 9.90$ mm.

Tal como se expuso anteriormente, para analizar el efecto del ángulo de entrada en la hilera de trefilado se han considerado tres procesos de trefilado en los que se han variado únicamente el ángulo de la hilera. Los valores de este parámetro se han elegido de tal forma que estén situados dentro del rango de valores habitualmente utilizados en la industria del acero trefilado. De esta forma los casos de estudio corresponden a un ángulo de entrada pequeño (Caso I: $\alpha = 5^\circ$), a un ángulo intermedio (Caso II: $\alpha = 7^\circ$) y finalmente a un ángulo grande (Caso III: $\alpha = 9^\circ$).

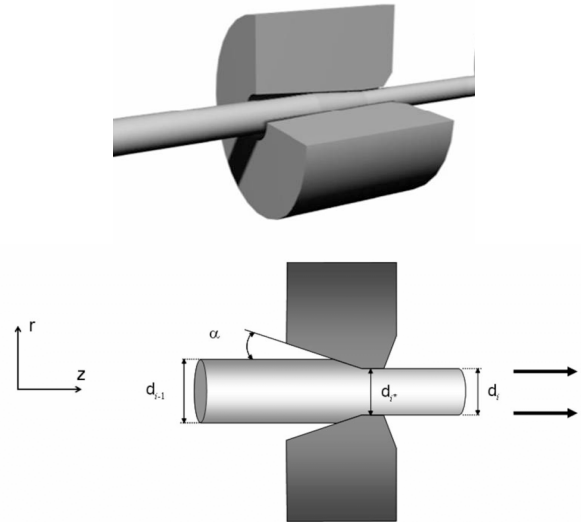


Figura 1. Esquema y parámetros que definen la primera etapa del proceso de trefilado.

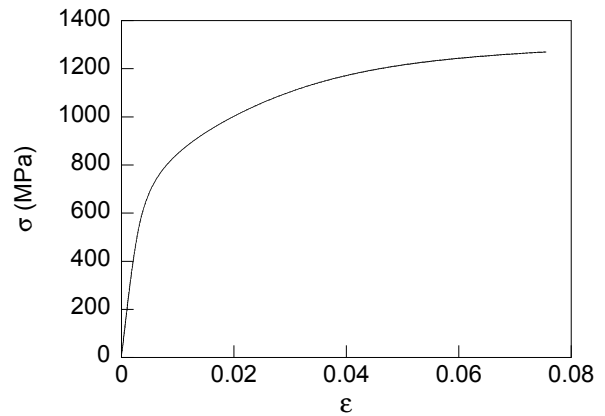


Figura 2. Curva de comportamiento del acero analizado.

El segundo subproblema en el que se divide este estudio consiste en la modelización numérica del proceso de difusión de hidrógeno en el interior del alambre asistida por el estado tenso-deformacional. En este modelo se considera que el flujo de hidrógeno en el interior del material viene gobernado por la ecuación de difusión de Fick modificada (expresión 1) en la que se incluyen dos términos que añaden el efecto del campo tensional, representado por el gradiente de tensiones hidrostáticas ($\nabla\sigma$), y el efecto de las deformaciones plásticas, incluido de forma indirecta a través de la solubilidad de hidrógeno en el metal que, tal como se muestra en la expresión 2 basada en estudios previos [6], depende de la deformación plástica (ϵ_p).

$$\mathbf{J} = -D(\epsilon_p) \left\{ \nabla C - C \left[\Omega \nabla \sigma + \frac{\nabla K_{Se}(\epsilon_p)}{K_{Se}(\epsilon_p)} \right] \right\} \quad (1)$$

$$K_{Se}^{(i)}(r) = 1 + 4\epsilon_p^{(i)}(r) \quad (2)$$

donde K_{Se} es la componente de la solubilidad dependiente de la deformación plástica.

Además es necesario definir otros parámetros que afectan al proceso de difusión, como por ejemplo la temperatura ($T = 323 \text{ K}$) y el volumen parcial molar de hidrógeno en el acero $v_H = 2 \text{ cm}^3/\text{mol}$ [7]. Otro factor que influye en la difusión de hidrógeno es la difusividad. Este parámetro es muy sensible a los cambios microestructurales así como a los cambios producidos por las deformaciones plásticas del material [7,8,9]. Existen estudios en los que se estima que la difusividad de hidrógeno en aleaciones BCC a temperaturas inferiores a 500 K está comprendida entre 10^{-13} a $10^{-8} \text{ m}^2/\text{s}$ [8].

A partir de lo expuesto anteriormente se ha adoptado una estimación analítica sencilla de la difusividad de hidrógeno en estos aceros. De esta forma el valor del coeficiente de difusión de hidrógeno medio en estos aceros se puede estimar a partir de una interpolación lineal (expresión 3) entre los coeficientes de difusión de acero inicial (paso 0, antes del primer paso de trefilado) y el coeficiente de difusión del producto final trefilado (paso 6, último paso del trefilado).

$$\langle D \rangle^{(i)} = \langle D \rangle^{(0)} + \langle \varepsilon_p \rangle^{(i)} \frac{\langle D \rangle^{(6)} - \langle D \rangle^{(0)}}{\langle \varepsilon_p \rangle^{(6)}} \quad (3)$$

donde (i) representa el grado de trefilado (número de pasos, $i = 0, \dots, 6$), $\langle D \rangle$ es el coeficiente de difusión promedio para los diferentes aceros y $\langle \varepsilon_p \rangle$ la deformación plástica acumulada promedio después del paso de trefilado sufrido indicado en el superíndice, i.e.

$$\langle \varepsilon_p \rangle^{(i)} = \ln \left[\frac{\phi^{(0)}}{\phi^{(i)}} \right]^2 \quad (4)$$

donde $\phi^{(0)}$ es el diámetro inicial del alambre antes del trefilado y $\phi^{(i)}$ es el diámetro del alambre después del paso de trefilado (i). En el caso particular del primer paso de trefilado del acero de este estudio, la deformación plástica equivalente media es de 0.21.

Los valores medios del coeficiente de difusión de hidrógeno en el alambre se pueden tomar a partir de los resultados del estudio de Lilliard *et al.* [10] para el acero inicial $\langle D \rangle^{(0)} = 6.6 \cdot 10^{-11} \text{ m}^2/\text{s}$ y del estudio de Toribio y Elices [6] para el acero final fuertemente trefilado $\langle D \rangle^{(6)} = 4.99 \cdot 10^{-12} \text{ m}^2/\text{s}$.

Tal como se puede apreciar en la figura 3, al final del proceso se obtiene la misma distribución de tensiones hidrostáticas en todas las secciones del alambre (al igual que en el caso de las deformaciones plásticas equivalentes). Por este motivo se ha considerado que la aproximación unidimensional del modelo de difusión asistida por el estado tenso-deformacional es la más adecuada, puesto que parece apropiado considerar que el flujo se producirá exclusivamente en dirección radial sin pérdidas de direccionalidad de la difusión de hidrógeno, tal como se analizó numéricamente en un trabajo anterior sobre difusión próxima a entallas [12].

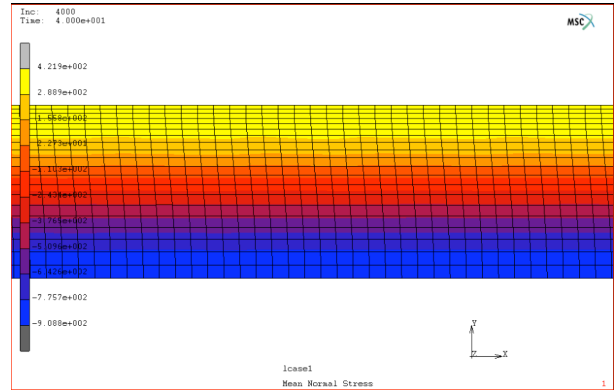


Figura 3. Distribución de tensiones hidrostáticas en el alambre trefilado.

3. ESTADOS TENSO-DEFORMACIONALES PRODUCIDOS POR EL TREFILADO

Tal como se ha visto anteriormente el estado tenso-deformacional viene representado en el modelo de difusión a través de la tensión hidrostática (σ) y la deformación plástica equivalente (ε_p). Por este motivo los resultados obtenidos en la simulación numérica se centran en estas variables. Las distribuciones de tensiones hidrostáticas y deformaciones plásticas equivalentes se han tomado en dirección radial en una sección central en la que se puede considerar que estas distribuciones son representativas del resto de las secciones del alambre trefilado. En las figuras 4 y 5 se muestran dichas distribuciones para los tres casos analizados frente a la coordenada radial (r) adimensionalizada con el radio del alambre (a).

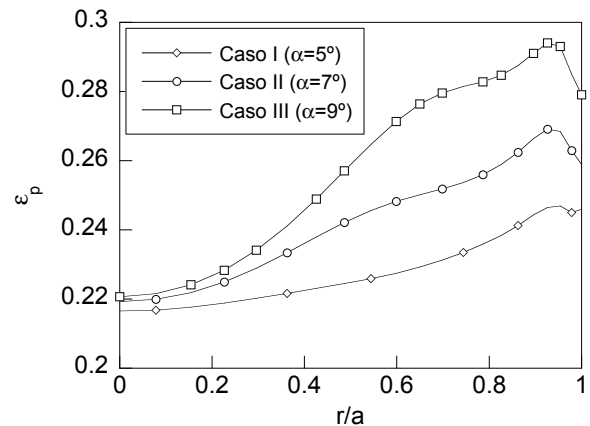


Figura 4. Distribución de deformaciones plásticas a lo largo de la sección transversal del alambre trefilado con diferentes ángulos de hilera.

Los perfiles de deformaciones plásticas equivalentes obtenidos presentan en los tres casos estudiados la misma tendencia decreciente con la profundidad desde el punto de deformación máxima, localizado cerca de la superficie ($r/a = 0.9$), hasta el centro del alambre, donde las deformaciones plásticas en los tres casos son similares.

No obstante a pesar de esta tendencia común existen diferencias notables cuantitativa y cualitativamente, especialmente en la zona próxima a la superficie. De forma global se aprecia que el perfil obtenido en el caso I (ángulo de hilera menor) es el más uniforme de los tres y cabe destacar que no existen grandes diferencias entre la deformación en la superficie y la deformación máxima. Sin embargo en el perfil del caso III (ángulo de hilera mayor) el perfil es notablemente menos homogéneo y las diferencias entre la deformación en la superficie y la deformación máxima son sensiblemente mayores. Por tanto se puede ver que al aumentar el ángulo de la hilera de trefilado la distribución de deformaciones plásticas es menos homogénea con saltos más bruscos entre los diferentes puntos de la sección.

En cuanto a la distribución de tensiones hidrostáticas (figura 5) los perfiles siguen en todos los casos estudiados la misma tendencia decreciente con la profundidad. De este modo aparecen estados de tracción en la superficie y compresión en el interior del alambre. Esta situación es potencialmente peligrosa por la posibilidad de que aparezcan procesos de iniciación y propagación de fisuras por fatiga [4].

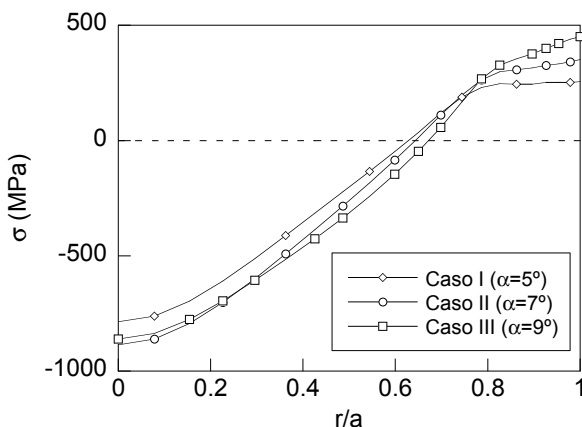


Figura 5. Distribución de tensiones hidrostáticas a lo largo de la sección transversal del alambre trefilado con diferentes ángulos de hilera.

Al igual que en el caso de los perfiles de deformaciones plásticas comentados anteriormente, las diferencias se localizan fundamentalmente en la zona próxima a la superficie. A partir de la coordenada ($r/a = 0.75$) hacia el interior las distribuciones de los casos II y III (ángulo de hilera intermedio y mayor respectivamente) son prácticamente coincidentes y se sitúan ligeramente por debajo de la obtenida en el caso I (ángulo de hilera menor). Al igual que ocurría en las distribuciones de deformaciones plásticas, el perfil de tensiones hidrostáticas más homogéneo es el obtenido en el caso I correspondiente a la hilera con menor ángulo.

Resulta altamente interesante analizar las diferencias observadas en los perfiles de tensiones hidrostáticas en una zona próxima a la superficie ($0.7 < r/a < 1$). Tal como se puede apreciar en la figura 5, esta variación en el caso I (ángulo de hilera menor) en esa zona es prácticamente nula, siendo la distribución muy

uniforme. Por el contrario en el caso III (ángulo de hilera mayor) las diferencias entre la tensión en esa zona son sensiblemente mayores. Finalmente en el caso II la variación es apreciable aunque no tan acusada como en el caso III.

Por tanto se puede observar que el gradiente de tensiones en la zona próxima a la superficie del alambre aumenta sensiblemente al aumentar el ángulo de la hilera de trefilado. Esta situación es potencialmente peligrosa puesto que, como se ha visto previamente, el gradiente de tensiones hidrostáticas es un motor de la difusión de hidrógeno.

A medida que los perfiles se acercan al eje del alambre se aprecia que la distribución de tensiones hidrostáticas del caso II (ángulo de hilera intermedio) se acerca al perfil del caso III (ángulo de hilera mayor) separándose del perfil obtenido en el trefilado del caso I (ángulo de hilera menor).

4. DISTRIBUCIONES DE HIDRÓGENO EN EL ALAMBRE TREFILADO

Tal como se ha comentado anteriormente, con los estados tenso-deformaciones obtenidos de la simulación mecánica del estudio se ha realizado la simulación del proceso de difusión asistida por el estado tenso-deformacional de acuerdo al modelo expuesto en el apartado 2. A partir de esta simulación es posible conocer las distribuciones de la concentración de hidrógeno en los diferentes puntos del material.

De esta forma las figuras 6 y 7 muestran los perfiles de concentración de hidrógeno a lo largo del radio adimensional del alambre (r/a) en dos instantes del proceso de difusión: tiempos cortos (2.75 horas) y tiempos largos (200 horas) respectivamente.

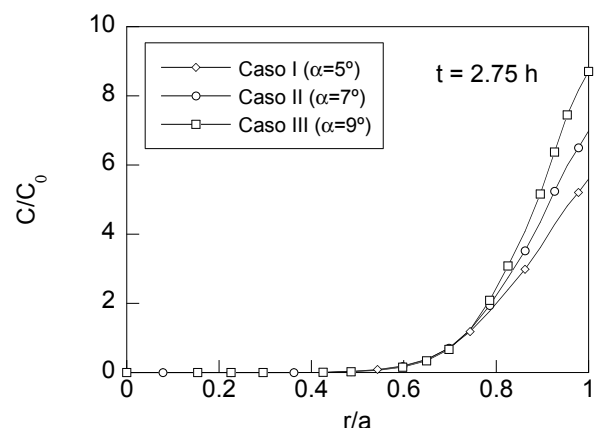


Figura 6. Distribución de la concentración relativa de hidrógeno en función de la coordenada radial adimensional (r/a) tras 2.75 horas para los tres ángulos estudiados.

En la figura 6 se observa como se produce el proceso de difusión de hidrógeno desde la superficie hacia el

interior del alambre. Tal como se puede apreciar la hidrogenación del alambre no es completa puesto que el hidrógeno sólo ha podido penetrar hasta la mitad aproximadamente del radio del alambre. No obstante en estas distribuciones se puede apreciar como el estado tenso-deformacional condiciona el flujo y la acumulación de hidrógeno en el material. Tal como muestra la figura 6 la acumulación de hidrógeno es mayor a medida que se aumenta el ángulo de la hilera, siendo las diferencias muy acusadas en la zona próxima a la superficie ($0.7 < r/a < 1$) (tal como cabría esperar a la vista de los estados tenso-deformacionales obtenidos de la simulación mecánica del proceso de trefilado).

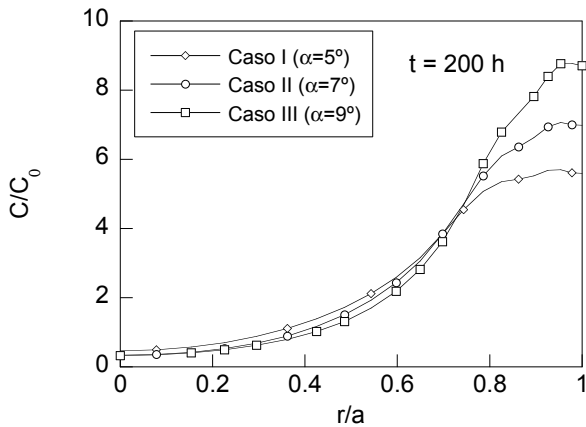


Figura 7. Distribución de la concentración relativa de hidrógeno en función de la coordenada radial adimensional (r/a) tras 200 horas para los tres ángulos estudiados.

Las distribuciones de hidrógeno obtenidas con tiempos de exposición largos (una vez que se ha logrado la hidrogenación completa del alambre) muestran un comportamiento similar al comentado anteriormente. Las diferencias entre los casos estudiados se localizan fundamentalmente en una zona próxima a la superficie del alambre ($0.7 < r/a < 1$) siendo la acumulación de hidrógeno mayor a medida que aumenta el ángulo de la hilera. Sin embargo a profundidades mayores estas diferencias desaparecen. Cabe destacar que en los tres perfiles se aprecia un ligero máximo de concentración localizado en un punto muy próximo a la superficie ($r/a = 0.9$), aproximadamente en la misma coordenada en la que aparece un máximo en las distribuciones de deformaciones plásticas (cf. Figura 4).

Estos resultados se ajustan muy bien a lo observado experimentalmente puesto que como es bien sabido los procesos de FH se inician en la piel del alambre, i.e., la profundidad x_c donde aparecen los procesos de nucleación de la fisura [6] se podría estimar como $450 \mu\text{m}$, i.e., $r = a - x_c \approx 0.9a$.

Finalmente para completar el análisis del proceso de difusión se representa en las figuras 8a y 8b la evolución en el tiempo de dos puntos de una sección del alambre situados en dos zonas representativas del perfil de concentraciones. De esta forma en la figura 8a se muestra la evolución de un punto situado en la zona

próxima a la superficie donde se han observado grandes diferencias ($r/a = 0.9$) y en la figura 8b la evolución de un punto situado en la zona donde las diferencias no son tan apreciables ($r/a = 0.48$).

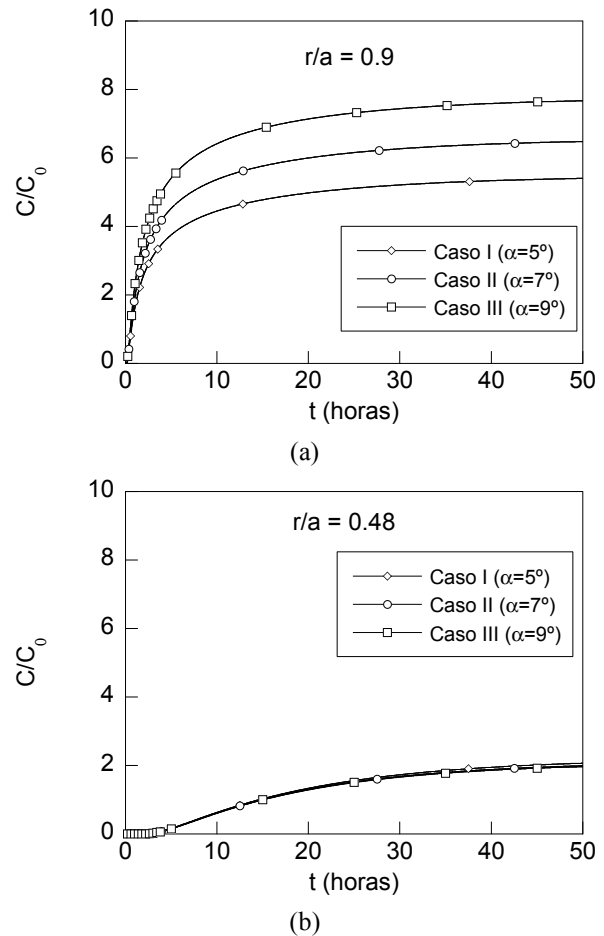


Figura 8. Distribución de las concentraciones relativas de hidrógeno en un punto situado a $r/a = 0.9$ (a) y $r/a = 0.48$ (b) para los tres ángulos estudiados.

En la figura 8a se puede apreciar como los nodos situados muy próximos a la superficie alcanzan el estado de saturación de forma muy rápida (10 horas), siendo las diferencias entre los diferentes perfiles apreciables casi desde el principio del proceso de difusión. También cabe destacar que en la pendiente de la curva, que puede dar una idea de la velocidad a la que se produce la difusión, es ligeramente diferente en los tres casos estudiados, siguiendo una tendencia creciente con el ángulo de trefilado. De esta forma el caso I (menor ángulo de hilera de trefilado) es que presenta una mayor oposición al proceso de difusión.

En relación a la evolución de la concentración de hidrógeno en un punto situado aproximadamente a la mitad del radio del alambre ($r/a = 0.48$), mostrado en la figura 8b, se observa como el hidrógeno llega hasta esa profundidad aproximadamente a las 5 horas de exposición y a partir de entonces se va acumulando hasta alcanzar el estado estacionario una vez transcurridas unas aproximadamente 50 horas. En este

caso la velocidad de acumulación de hidrógeno es muy parecida en los tres casos estudiados debido a la igualdad de los estados tenso-deformacionales, no apreciándose grandes diferencias entre los diferentes perfiles de concentración de hidrógeno.

5. CONCLUSIONES

Tal como se ha observado en los resultados de este estudio, el ángulo de la hilera de trefilado es un parámetro determinante del proceso de trefilado. La importancia de este parámetro radica en que pequeñas variaciones en su valor afectan de forma significativa a las distribuciones de tensiones y deformaciones plásticas y a través de éstas, condicionan la acumulación de hidrógeno en el material hasta alcanzar la concentración crítica, a partir de la cual se produce la fractura.

Desde el punto de vista puramente mecánico, se ha observado que las principales diferencias en cuanto a tensiones y deformaciones aparecen en la zona superficial del alambre, siendo el proceso con un ángulo de hilera reducido el que produce los estados tenso-deformacionales más homogéneos, lo cual es realmente importante en la superficie, donde la variación de las tensiones hidrostáticas se ve reducida en dicho caso (menor ángulo de hilera), y supone que la difusión de hidrógeno hacia el interior del material se ralentiza, con la ventaja inherente que esto conlleva en la vida en servicio de estos aceros. Al aumentar el ángulo de hilera, sin embargo, se intensifican tanto las deformaciones plásticas como los gradientes de tensión hidrostática, debido al cambio de sección más brusco al pasar el acero por la hilera.

Estas diferencias observadas en los estados tenso-deformacional tienen su reflejo en las distribuciones de concentración de hidrógeno. De esta forma la acumulación de hidrógeno se produce en una zona próxima en la superficie, siendo ésta mayor a medida que aumenta el ángulo de entrada en la hilera.

Por estos motivos se puede concluir que las condiciones óptimas para realizar el proceso de trefilado corresponden a ángulos de hilera lo más pequeños posibles, puesto que generan estados tenso-deformacionales más homogéneos y por tanto los efectos de la difusión de hidrógeno se ven menos acusados, con la consecuente mejora en la vida en servicio de estos aceros.

AGRADECIMIENTOS

Los autores desean hacer constar su agradecimiento a las siguientes instituciones: MCYT-FEDER (Proyecto MAT2002-01831), MEC (Proyecto BIA2005-08965), JCyL (Proyectos SA078/04, SA067A05 y SA111A07), Universidad de Salamanca (Proyecto USAL 2005-09) y Fundación “Memoria de D. Samuel Solórzano Barruso”.

REFERENCIAS

- [1] M. Elices, Influence of residual stresses in the performance of cold drawn pearlitic wires. *J. Mater. Sci.*, **39**, 3889-3899, 2004.
- [2] J. M. Campos, y M. Elices, Influencia de las tensiones residuales en la fragilización por hidrógeno de alambres trefilados. *Anal. Mec. Fract.*, **3**, 251-256, 1986.
- [3] M. Lorenzo, D. Vergara, V. Kharin y J. Toribio, Influencia del estado tensodeformacional residual en la fragilización por hidrógeno de alambres trefilados. *Anal. Mec. Fract.*, **1**, 123-129, 2007.
- [4] K. Katagiri, T. Sato, K. Kasaba, S. Sasaki, H. Tashiro, Effects of post-drawing treatments on the fatigue strength of eutectoid steel wires. *Fatigue Fract. Engng. Mater. Struct.*, **22**, 753-760, 1999.
- [5] H. Överstam, The influence of bearing geometry on the residual stress state in cold drawn wire by the FEM. *Materials Processing Technology*, **171**, 446 – 450, 2004.
- [6] J. Toribio y M. Elices, Influence of residual stresses on hydrogen embrittlement susceptibility of prestressing steels. *Int. J. Solids and Struct.*, **28**, 791-803, 1999.
- [7] J. P. Hirth, Effects of hydrogen on the properties of iron and steel. *Metall. Trans.*, **11A**, 861-890, 1980.
- [8] B. A. Kolachev, *Hydrogen Brittleness of Metals*. Metallurgia, Moscow, 1985.
- [9] H. L. Lee y S. L. I. Chan, Hydrogen embrittlement of AISI 4130 steel with an alternate ferrite/pearlite banded structure. *Mater. Sci. Engng.*, **A142**, 193-201, 1991.
- [10] R.S. Lillard, D.G. Enos, J.R. Scully, Calcium hydroxide as a promoter of hydrogen absorption in 99.5% Fe and a fully pearlitic 0.8% C steel during electrochemical reduction of water. *Corrosion*, **56**, 1119-1132, 2000.
- [11] F. Bergsma, J.W. Boon, C.F. Etienne, Détermination de la sensibilité des aciers précontrains à la fragilisation par l'hydrogène. *Revue de Métallurgie*, **75**, 153-164. 1978.
- [12] D. Vergara, M. Lorenzo, V. Kharin, y J. Toribio, Análisis de la direccionalidad de la difusión de hidrógeno en las proximidades de entallas. *Anal. Mec. Fract.*, **1**, 453 – 458, 2007.

INFLUENCIA DE LA MICROESTRUCTURA PERLÍTICA EN EL COMPORTAMIENTO EN FATIGA PARA DISTINTOS FACTORES R

J.C. Matos¹, B. González², F.J. Ayaso², J. Toribio²

¹ Departamento de Informática y Automática (Universidad de Salamanca),
E.P.S., Campus Viriato, Avda. Requejo, 33,
49022 Zamora. España.
Correo-e: jcmatos@usal.es

² Ingeniería de Materiales (Universidad de Salamanca),
E.P.S., Campus Viriato, Avda. Requejo, 33,
49022 Zamora. España.
Correo-e: bgonzalez@usal.es

RESUMEN

Este artículo analiza cómo influyen el proceso de trefilado y el factor R en el comportamiento en fatiga de aceros eutectoides. El estudio se ha realizado en alambra y acero de pretensado sometidos a cargas cíclicas en el régimen de Paris, no detectándose cambios en la velocidad de crecimiento de fisuras por fatiga (VCFF) con el incremento del factor R , aunque dicha VCFF decrece con el grado de trefilado. A nivel microestructural, las fisuras de fatiga en el acero perlítico son transcoloniales con preferencia por fracturar las láminas de perlita, presentando en su camino valores de apertura de fisura no uniformes, micro-discontinuidades, ramificaciones, bifurcaciones y frecuentes deflexiones locales que originan micro-rugosidad. La superficie neta de fatiga aumenta con el grado de trefilado debido al mayor ángulo de las deflexiones locales. El incremento del factor R provoca un mayor desplazamiento de apertura de fisura (DAF) y una apariencia fractográfica similar a la que se muestra al aumentar ΔK .

ABSTRACT

This paper analyzes how the cold drawing process and the R ratio influence the fatigue behaviour of eutectoid steels. The analysis was made on a hot rolled bar and a prestressing steel wire subjected to cyclic loading in the Paris regime, and no changes in the fatigue crack growth rate (FCGR) with the increment of the R ratio are detected, although such a FCGR decreases with the drawing degree. At the microstructural level, fatigue cracks are transcolonial and exhibit a preference for fracturing pearlitic lamellae, with non-uniform crack opening displacement values, micro-discontinuities, branchings, bifurcations and frequent local deflections that create microstructural roughness. The net fatigue surface increases with cold drawing due to the higher angle of crack deflections. The increment of the R factor provokes a bigger crack opening displacement (COD) and a fractographic appearance similar to that exhibited for increasing ΔK .

PALABRAS CLAVE: Acero perlítico trefilado, Factor R , Microdaño por fatiga.

1. INTRODUCCIÓN

La iniciación y propagación de fisuras por fatiga en aceros es un mecanismo fundamental de crecimiento subcrítico de fisuras. Es conocido que el umbral de propagación de fisuras por fatiga tiene una fuerte dependencia de la microestructura [1,2], y en el caso particular de los aceros perlíticos dicho umbral depende de la colonia de perlita [3]. Además el umbral de propagación de fisuras por fatiga disminuye con el incremento de la relación de carga (factor R) a temperatura constante, siendo esta reducción mayor a temperaturas bajas [4]. En el acero perlítico la correspondencia entre la relación de carga y el umbral es inversa y lineal [5], disminuyendo el umbral cuando el límite elástico aumenta al trefilar el acero [6].

En la región II del crecimiento de fisuras por fatiga se puede caracterizar la propagación a partir de la curva de Paris [7] para cada valor de R , o introducir su valor en

distintas ecuaciones [8]. La ley de Paris puede emplearse utilizando un valor efectivo del rango del factor de intensidad de tensiones, ΔK_{eff} , como respuesta a un *hipotético* cierre de fisura por fatiga [9], aunque la existencia o no de *cierre de fisura por fatiga* (al menos de la variante más frecuente: el cierre de fisura *inducido por plasticidad*) es una cuestión que dista mucho de ser aceptada ampliamente por toda la comunidad científica, encontrándose a día de hoy sometida a intensos debates y controversias entre partidarios y detractores del cierre de fisura por fatiga, aunque existe consenso en considerar que se requieren al menos dos parámetros (como pueden ser ΔK y K_{max}) para definir el crecimiento de fisuras por fatiga [10-12].

En aceros eutectoides, la pendiente de la ley de Paris aumenta con el incremento de la relación de carga o la disminución de la temperatura [4]. Aunque algunos autores mantienen que el crecimiento de fisuras por fatiga en la región de Paris no está influido por la

microestructura [13], también se ha observado que a medida que progresa el trefilado la curva de Paris se desplaza hacia abajo, retardándose por tanto su crecimiento [14].

En este artículo se estudia el crecimiento de fisuras por fatiga en alambres de acero perlítico sometidos a cargas de tracción axial con distintos valores del factor R , haciendo especial hincapié en el aspecto microscópico.

2. PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL

El material utilizado fue acero perlítico progresivamente trefilado. Se estudió el alambroón, procedente de una laminación en caliente, y el acero de pretensado, resultado de siete pasos de trefilado y un tratamiento de termo-relajación que elimina las tensiones residuales.

El proceso de trefilado modifica la microestructura del acero perlítico, aumentando notablemente el número de dislocaciones y haciendo más esbeltas las colonias de perlita en la dirección de trefilado. También disminuye el espaciado interlaminar, orientando las láminas de perlita en la dirección del trefilado. En la sección transversal del acero de pretensado se puede apreciar el efecto de curvatura (*curling*) de las láminas perlíticas, que no ocurre a menores deformaciones plásticas.

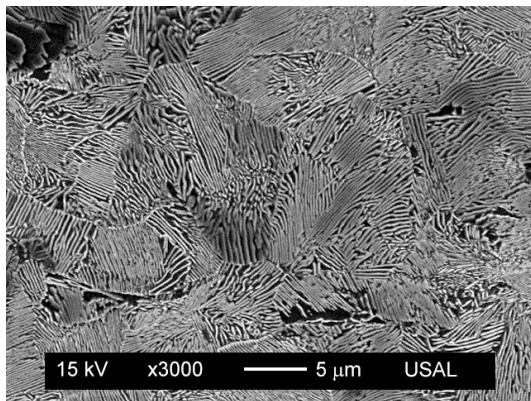


Figura 1. Microestructura del alambroón (sección transversal).

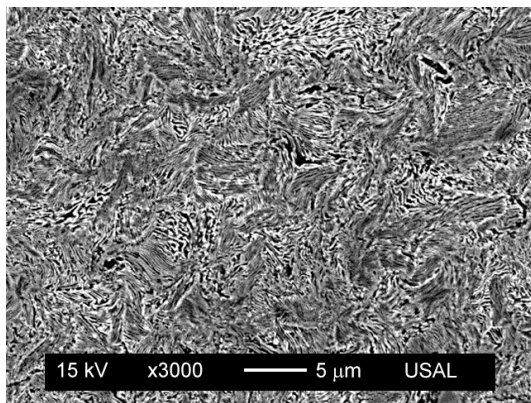


Figura 2. Microestructura del acero de pretensado (sección transversal).

Este método de fabricación provoca una mejora de las propiedades mecánicas convencionales del acero. El límite elástico y la tensión de rotura aumentan considerablemente con el número de pasos de trefilado, mientras que el módulo de Young se mantiene prácticamente constante.

Los ensayos se han realizado en varillas de sección circular de 300mm de longitud, con diámetros 11.0mm y 5.1mm para el alambroón y el acero de pretensado respectivamente. Previo al ensayo, se efectuó a las probetas un corte transversal en la zona media de su longitud, para determinar en ese punto la iniciación de la fisura por fatiga.

El procedimiento de ensayo consistió en realizar una carga de tracción en la dirección axial en escalones decrecientes con $\Delta\sigma$ constante. La frecuencia utilizada fue de 10Hz con una forma de onda sinusoidal y distintos factores R . La tensión máxima inicial fue siempre inferior al límite elástico, disminuyendo en los pasos siguientes entre un 20÷30% de la carga máxima anterior. Cada paso de carga se mantuvo el tiempo suficiente para apreciar avance de fisura y eliminar el efecto plástico en la punta de la fisura provocado por el paso anterior. Los ensayos permitieron caracterizar la evolución del frente de fatiga en los distintos aceros y estimar la ley de crecimiento de Paris del alambroón y acero de pretensado para distintos R , en concreto para los valores 0.00, 0.25 y 0.50.

Mediante microscopía electrónica de barrido se observó la superficie de fractura provocada por la fatiga de los aceros estudiados, para distintas intensidades de fatiga variando los parámetros ΔK y R . Se realizaron cortes longitudinales en secciones perpendiculares al frente de fisura de las probetas ensayadas a fatiga, que dividían ésta de forma aproximadamente simétrica. Tras una adecuada preparación (que incluyó la embutición de la muestra para facilitar su manejo, desbaste, pulido especular y ataque con nital al 5% durante unos segundos), se observaron también con microscopía electrónica de barrido.

3. RESULTADOS Y DISCUSIÓN

3.1. Curvas de crecimiento (leyes de Paris)

En cada cambio de carga el frente de fisura se modelizó como parte de una elipse con centro situado en el borde de la varilla, de semiejes a (profundidad de fisura) y b , a partir de un conjunto de puntos tomados de dicho frente y utilizando un método de mínimos cuadrados. Se realizaron curvas de flexibilidad con el propósito de calcular la profundidad de fisura a en la probeta en cualquier instante del ensayo. Cada frente de fisura queda así caracterizado por la profundidad de fisura relativa (profundidad de fisura dividida entre el diámetro, a/D) y el factor de aspecto (relación entre los semiejes de la elipse, a/b).

Se ha estudiado el crecimiento de las fisuras de fatiga para estos dos aceros en el régimen de Paris [9] donde se cumple la ley de Paris,

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

donde da/dN es la velocidad cíclica de crecimiento de fisuras por fatiga y ΔK es el rango del factor de intensidad de tensiones, obtenido mediante la ecuación,

$$\Delta K = Y \Delta \sigma \sqrt{\pi a} \quad (2)$$

Para este cálculo se empleó una expresión biparamétrica del factor de forma, Y , en el punto central del frente, función de la profundidad de fisura relativa y la relación de aspecto. Esta fue obtenida por Astiz mediante elementos finitos y aplicando el método de extensión virtual de fisura [15].

$$Y = \sum_{i=0}^4 \sum_{j=0}^3 C_{ij} \left(\frac{a}{D} \right)^i \left(\frac{a}{b} \right)^j \quad (3)$$

En las curvas de crecimiento de fisura (da/dN - ΔK), se produce una suerte de retardo en el avance motivado por la sobretensión al cambiar en el ensayo de un incremento de carga mayor a otro menor [16], de acuerdo con un mecanismo análogo al de retardo por sobrecarga debido a la zona plástica próxima al extremo de la fisura. Este efecto no se ha tenido en cuenta para calcular las curvas de crecimiento, donde sólo aparece el régimen estacionario.

En las figuras 3 y 4 se muestra el crecimiento de fisuras por fatiga del alambón y del acero de pretensado para distintos valores del factor R (0.00, 0.25 y 0.50). En ellas se observa como el cambio del factor R apenas modifica las curvas de Paris (rectas en escala bilogarítmica). El cálculo para valores de R mayores permite caracterizar la curva de Paris en una zona más próxima al umbral.

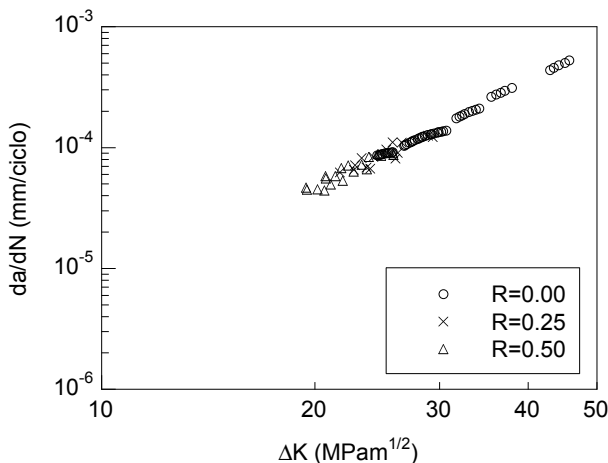


Figura 3. Régimen de Paris, alambón.

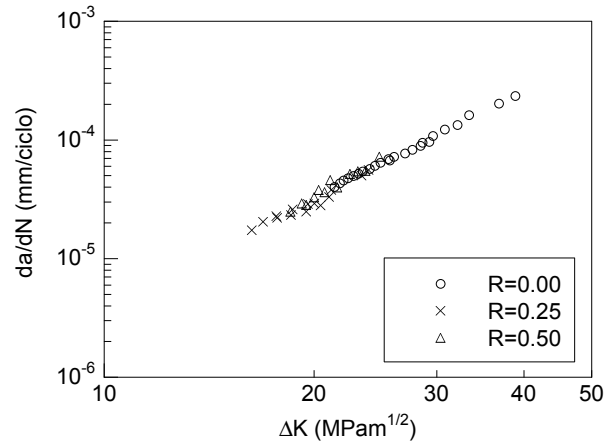


Figura 4. Régimen de Paris, acero de pretensado.

La comparación de los resultados obtenidos para ambos aceros muestra que desde un punto de vista ingenieril el proceso de manufactura del trefilado mejora el comportamiento en fatiga del acero, ya que disminuye la velocidad de crecimiento de las fisuras. La curva de Paris del acero de pretensado es una recta paralela a la del alambón, desplazada hacia abajo (figura 5).

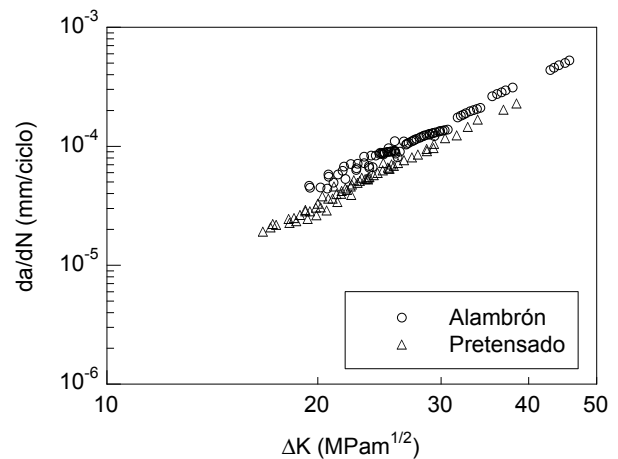


Figura 5. Régimen de Paris.

3.2. Fractografía

En las fotografías presentadas se muestra siempre el avance de fisura por fatiga de izquierda a derecha. Las fractografías de la superficie de fractura producida por fatiga con distintas condiciones de ensayo, ΔK y R , se muestran para el alambón en las figuras 6 a 8 y para el acero de pretensado en las figuras 9 a 11. En ellas se puede apreciar una superficie típica formada por micro-desgarros dúctiles producto de una deformación plástica altamente localizada. A medida que aumenta ΔK cambia el patrón del microdaño, mostrando los micro-desgarros más cambios de dirección y una mayor rugosidad. Aumentar el factor R o aumentar ΔK puede producir una fractografía similar, como se puede apreciar al comparar la figura 6 con las figuras 7 y 8, o la figura 9 con las figuras 10 y 11. Este cambio se debe a la severidad de la sollicitación por fatiga.

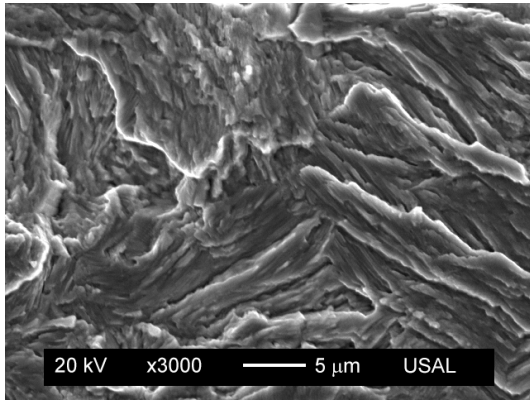


Figura 6. Superficie de fatiga del alambión, $R=0.00$ y $\Delta K=21\text{MPam}^{1/2}$.

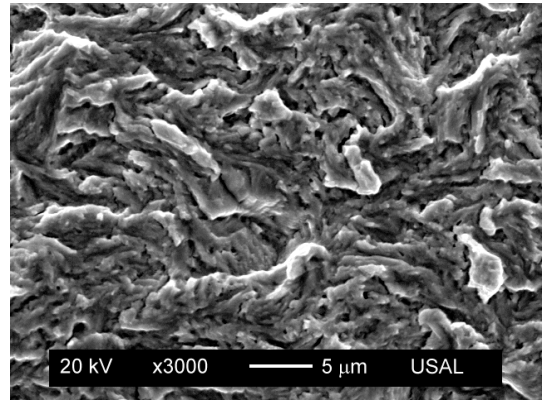


Figura 9. Superficie de fatiga del acero de pretensado, $R=0.00$ y $\Delta K=25\text{MPam}^{1/2}$.

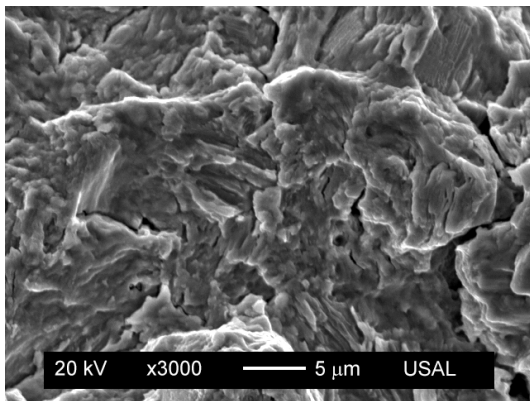


Figura 7. Superficie de fatiga del alambión, $R=0.00$ y $\Delta K=42\text{MPam}^{1/2}$.

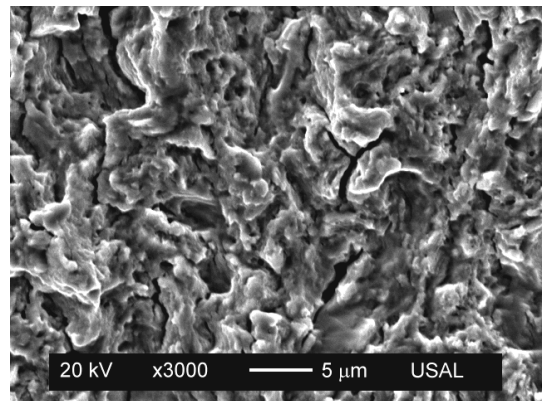


Figura 10. Superficie de fatiga del acero de pretensado, $R=0.00$ y $\Delta K=50\text{MPam}^{1/2}$.

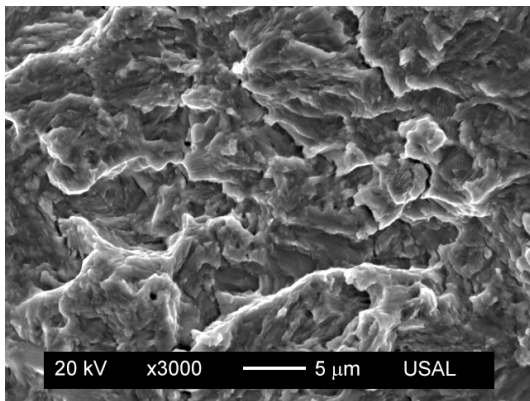


Figura 8. Superficie de fatiga del alambión, $R=0.50$ y $\Delta K=21\text{MPam}^{1/2}$.

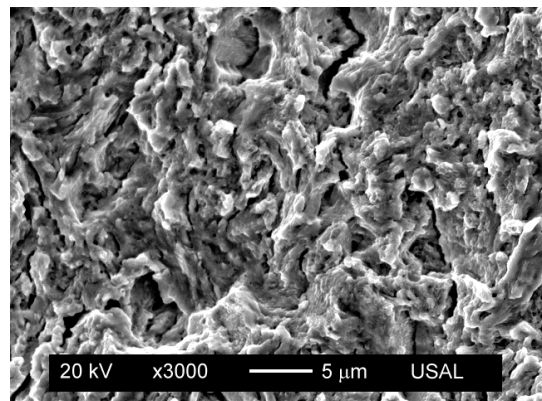


Figura 11. Superficie de fatiga del acero de pretensado, $R=0.50$ y $\Delta K=25\text{MPam}^{1/2}$.

El proceso de trefilado somete al acero a tensiones que producen una elevada deformación plástica permanente y múltiples cambios microestructurales. La fractografía de fatiga cambia con este proceso, mostrando en el acero de pretensado una mayor microrugosidad con micro-desgarros de menor tamaño y mayor curvatura. Esta apariencia presenta cierta similitud con la microestructura de los aceros en su sección transversal (figuras 1 y 2) y con la fractografía al ser sometidos a ensayos de fractura, clivajes y microhuecos para el alambión y el acero de pretensado respectivamente.

3.3. Secciones longitudinales

Las secciones metalográficas longitudinales del extremo de la fisura producido al someter a fatiga con un factor R igual a 0.00 y 0.50 se muestran en las figuras 12 y 13 para el alambión, y en las figuras 14 y 15 para el acero de pretensado. Se ha procurado que el valor del ΔK fuera similar en cada acero.

En el acero perlítico las fisuras de fatiga son transcoloniales, con preferencia por fracturar las láminas

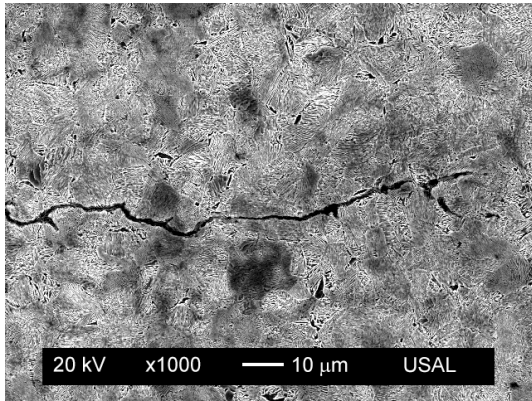


Figura 12. Fisura de fatiga, alambre $R=0.00$.

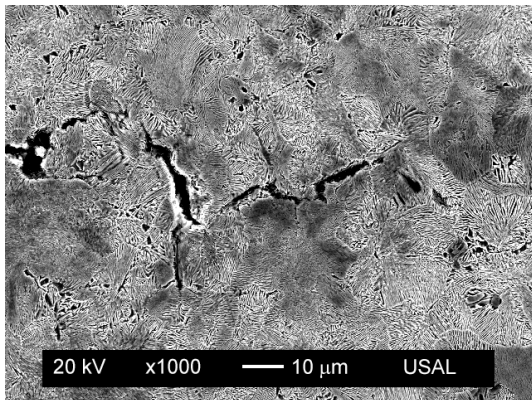


Figura 13. Fisura de fatiga, alambre $R=0.50$.

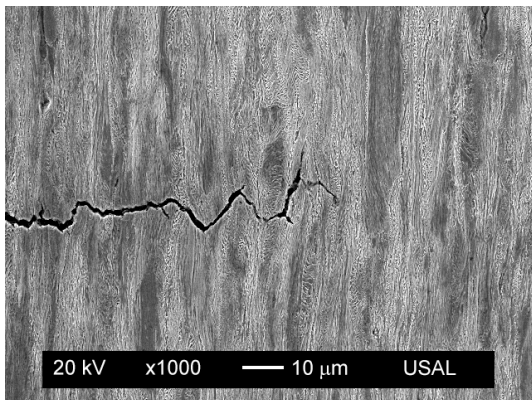


Figura 14. Fisura de fatiga, pretensado $R=0.00$.

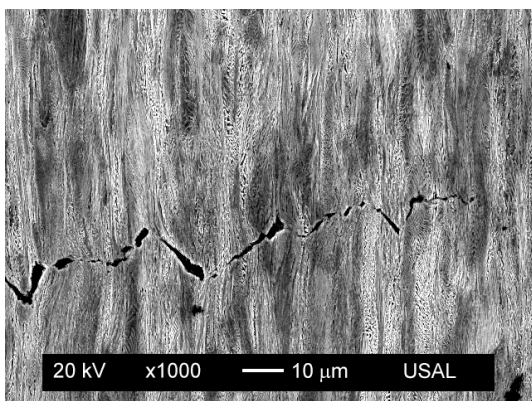


Figura 15. Fisura de fatiga, pretensado $R=0.50$.

de perlita, presentando en su camino valores de apertura de fisura no uniformes, micro-discontinuidades, ramificaciones, bifurcaciones y deflexiones locales que originan micro-rugosidad a nivel superficial [17,18]. Todos estos fenómenos varían de un punto a otro en un mismo frente de la fisura. Aunque la fisura presente a nivel macroscópico fractura en modo I, a nivel microscópico muestra un modo mixto.

El aumento del factor R induce una mayor apertura de fisura (COD) y una mayor discontinuidad en el extremo final de la misma, con un mayor número de deflexiones. La figura 16 presenta un cambio del valor de R desde 0.50 hasta 0.00 para un mismo ΔK , observándose una gran variación en la apertura de la fisura. La figura 17 muestra lo que ocurre sobre la superficie de fractura con el efecto anterior, encontrándose un cambio en la fractografía de fatiga y una zona intermedia que se corresponde con la zona plástica del último ciclo de $R=0.50$. Este último fenómeno ocurre cuando hay un cambio en ΔK .

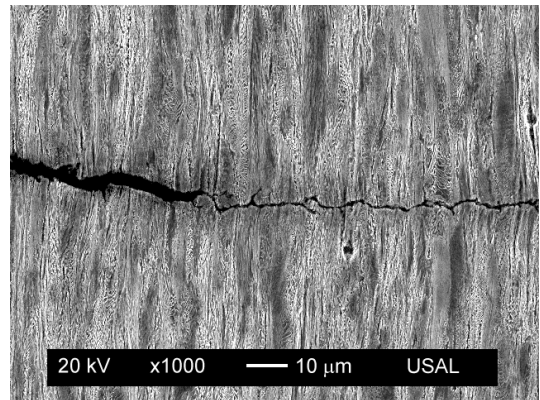


Figura 16. Cambio de COD en el acero de pretensado, $R=0.50$ a $R=0.00$.

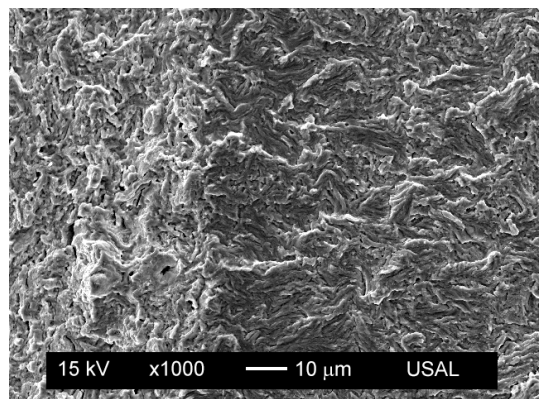


Figura 17. Zona plástica en el acero de pretensado, $R=0.50$ a $R=0.00$.

En el acero de pretensado se produce una microfisuración más tortuosa, con mayor número de deflexiones y de mayor ángulo. La longitud real de fisura frente a su proyección transversal, en intervalos similares de ΔK , muestra que existe un incremento en la superficie de fatiga neta fisurada con el trefilado.

4. CONCLUSIONES

El cambio del factor R no altera la velocidad de crecimiento de la fisura (la curva de Paris es la misma). El proceso de trefilado mejora el comportamiento en fatiga del acero perlítico. La curva de Paris del acero de pretensado está desplazada hacia abajo respecto del alambón, lo que se traduce en una disminución de la velocidad de crecimiento de la fisura.

La superficie de fractura por fatiga está formada por microdesgarros dúctiles de las láminas de perlita. Las fisuras de fatiga muestran preferencia por atravesar las colonias de perlita y romper las láminas de perlita, con ramificaciones, bifurcaciones y abundantes deflexiones en su camino. Además muestra discontinuidades y cambios de apertura de fisura.

El aumento de ΔK y del factor R modifica el patrón de micro-desgarros, incrementando su microrugosidad por el aumento de la intensidad de fatiga. En el acero de pretensado el proceso de trefilado provoca una superficie de fatiga con microdesgarros más frecuentes y de menor tamaño para unas mismas condiciones de fatiga, producto de la fuerte deformación plástica y de los cambios microestructurales inducidos en el trefilado.

El factor R produce un aumento de la apertura de la fisura y grandes variaciones de la misma en el extremo de la fisura. El trefilado conduce a una microfisuración con un mayor número de deflexiones que además tienen un mayor ángulo.

AGRADECIMIENTOS

Los autores desean hacer constar su agradecimiento a las siguientes instituciones: MCYT-FEDER (Proyecto MAT2002-01831), MEC (Proyecto BIA2005-08965), JCyL (Proyectos SA078/04, SA067A05 y SA111A07), Universidad de Salamanca (Proyecto USAL 2005-09) y Fundación "Memoria de D. Samuel Solórzano Barruso". Además, agradecen el suministro de acero por parte de EMESA TREFILERÍA.

REFERENCIAS

- [1] Chapetti, M.D., Miyata, H., Tagawa, T., Miyata, T., Fujioka, M., "Fatigue crack propagation behaviour in ultra-fine grained low carbon steel", *Int. J. Fatigue* **27**, 235-243, 2005.
- [2] Sankaran, S., Subramanya Sarma, V., Padmanabhan, K.A., Jaeger, G., Koethe, A., "High cycle fatigue behaviour of a multiphase microalloyed medium carbon steel: a comparison between ferrite-pearlite and tempered martensite microstructures", *Mater. Sci. Engng.* **362A**, 249-256, 2003.
- [3] Ravichandran, K.S., "A rationalisation of fatigue thresholds in pearlitic steels using a theoretical model", *Acta Metall. Mater.* **39**, 1331-1341, 1991.
- [4] El-Shabasy, A.B., Lewandowski, J.J., "Effects of load ratio, R , and test temperature on fatigue crack growth of fully pearlitic eutectoid steel (fatigue crack growth of pearlitic steel)", *Int. J. Fatigue* **26**, 305-309, 2004.
- [5] Masounave, J., Bailon, J.-P., "The dependence of the threshold stress intensity factor on the cyclic stress ratio in fatigue of ferritic-pearlitic steels", *Scripta Metall.* **9**, 723-730, 1975.
- [6] Llorca, J., Sánchez-Gálvez, V., "Fatigue threshold determination in high strength cold drawn eutectoid steel wires", *Engng. Fract. Mech.* **26**, 869-882, 1987.
- [7] Paris, P.C., Erdogan, F., "A critical analysis of crack propagation laws", *J. Basic Engng.* **85D**, 528-534, 1963.
- [8] Kohout, J., "A new function describing fatigue crack growth curves", *Int. J. Fatigue* **21**, 813-821, 1999.
- [9] Elber, W., "Fatigue crack closure under cyclic tension", *Engng. Fract. Mech.* **2**, 37-45, 1970.
- [10] Vasudevan, A.K., Sadananda, K., "Classification of fatigue crack growth behavior", *Metall. Mater. Trans.* **26A**, 1221-1234, 1995.
- [11] Dinda, S., Kujawski, D., "Correlation and prediction of fatigue crack growth for different R -ratios using K_{max} and K^+ parameters", *Engng. Fract. Mech.* **71**, 1779-1790, 2004.
- [12] Zhang, J., He, X.D., Du, S.Y., "Analyses of the fatigue crack propagation process and stress ratio effects using the two parameter method", *Int. J. Fatigue* **27**, 1314-1318, 2005.
- [13] Subramanya Sarma, V., Padmanabhan, K.A., Jaeger, G., Koethe, A., Schaper, M., "On the fatigue crack growth behaviour of two ferrite-pearlite microalloyed steels", *Mater. Lett.* **46**, 185-188, 2000.
- [14] Toribio, J., Toledano, M., "Fatigue behaviour of progressively drawn steels", In: Wu XR, Wang ZG, editors. *Proc. 7th Int. Fatigue Congress (Fatigue'99)*, pp. 2455-2460, 1999.
- [15] Astiz, M. A., "An incompatible singular elastic element for two- and three-dimensional crack problems", *Int. J. Fracture* **31**, 105-124, 1986.
- [16] Toribio, J., González, B., Matos, J.C., "Fatigue crack propagation in cold drawn steel", *Mater. Sci. Engng.* **468-470A**, 267-272, 2007.
- [17] Mutoh, Y., Korda, A.A., Miyashita, Y., Sadasue, T., "Stress shielding and fatigue crack growth resistance in ferritic-pearlitic steel", *Mater. Sci. Engng.* **468-470A**, 114-119, 2007.
- [18] González, B., Matos, J.C., Ayaso, J., Toribio, J., "Enfoque micro- y macroscópico de la propagación de fisuras por fatiga en aceros eutectoides progresivamente trefilados", *An. Mec. Fract.* **24**, 105-110, 2007.

EVOLUCIÓN GEOMÉTRICA DE LA ZONA TTS CON EL TIEMPO DE EXPOSICIÓN AL HIDRÓGENO

D. Vergara¹, R. Gil² y J. Toribio²

¹ Departamento de Ingeniería Mecánica, Universidad de Salamanca
E.P.S., Campus Viriato, Avda. Requejo 33, 49022 Zamora
Tel: (980) 54 50 00; Fax: (980) 54 50 02, Correo-e: dvergara@usal.es

² Ingeniería de Materiales, Universidad de Salamanca
E.P.S., Campus Viriato, Avda. Requejo 33, 49022 Zamora

RESUMEN

Los aceros perlíticos sometidos a ambientes de *fisuración asistida por hidrógeno* (FAH) presentan una fractografía típica denominada en inglés *tearing topography surface* (TTS) que está vinculada a la difusión del hidrógeno en el interior del material. El tamaño y geometría de las zonas afectadas por el hidrógeno influye directamente en el comportamiento en fractura de los aceros perlíticos sometidos a ambientes hidrogenantes, siendo por lo tanto un importante aspecto a estudiar desde el punto de vista de la Mecánica de Fractura. El presente trabajo se ha basado en la influencia que ejerce en el aspecto geométrico de estas zonas TTS el tiempo de exposición del acero al hidrógeno. Además, asumiendo que la forma que adoptan estas zonas TTS es la elíptica, se ha cuantificado la evolución que sufren los ejes de dicha geometría con la velocidad de sollicitación, viéndose que el tiempo de exposición al hidrógeno favorece geometrías elípticas más esbeltas.

ABSTRACT

The pearlitic steels subjected to *hydrogen-assisted fracture* (HAF) atmospheres show a typical fractography called *tearing topography surface* (TTS) which is linked with the hydrogen diffusion into the material. The size and the geometry of the hydrogen affected zones directly influence the fracture behaviour of pearlitic steels subjected to hydrogen atmospheres; therefore this event is a very important aspect on Fracture Mechanics. This article is based on the hydrogen exposure time influence in the aspect of the geometry of these TTS zones. Furthermore, assuming that this geometry is similar to an ellipse, the evolution of the axes of this geometry with the crosshead speed has been quantified, showing that the hydrogen exposure time promotes more slender elliptic geometries.

PALABRAS CLAVE: Velocidad de sollicitación, hidrógeno, TTS

1. INTRODUCCIÓN

El efecto perjudicial del *hidrógeno* sobre los aceros es un tema de creciente interés tecnológico en cuanto que este elemento químico puede alterar relevantemente las propiedades mecánicas de dichos materiales [1,2] y, como consecuencia, la integridad de los elementos estructurales contruidos con ellos, conduciendo, en algunos casos, a roturas catastróficas [3,4]. El hidrógeno actúa penetrando desde el ambiente hacia el interior del material, acumulándose con el tiempo en posibles puntos de fractura hasta alcanzar en uno de ellos el valor de concentración crítica, instante en el cual tiene lugar la fractura [5].

Un material ampliamente utilizado en el ámbito estructural por sus propiedades mecánicas es el *acero perlítico*. Se conoce que este acero al estar sometido a ambientes de *fisuración asistida por hidrógeno* (FAH)

presenta una fractografía típica denominada en inglés *tearing topography surface* (TTS) que está vinculada a la difusión del hidrógeno en el interior del material [6]. Existen estudios previos que ya han explorado exhaustivamente las diferentes etapas de formación de la TTS a nivel fractográfico en aceros perlíticos [7], pero no se ha encontrado ningún trabajo que indique si existe o no una evolución de la geometría de las zonas que presentan esta fractografía con el tiempo de exposición al elemento que lo causa, el hidrógeno.

La diferencia geométrica de estas zonas puede ocasionar diferentes valores del *factor de intensidad de tensiones crítico* en ambiente agresivo de FAH [8], influyendo directamente en el comportamiento en fractura de los aceros perlíticos, por lo que estudiar las diferentes geometrías adoptadas por las zonas TTS supone un

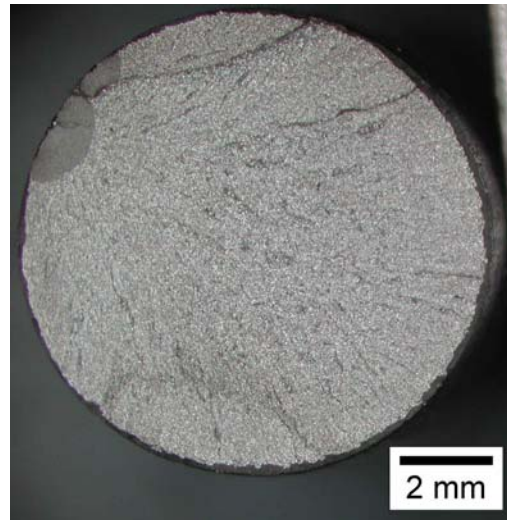
importante aspecto a estudiar desde el punto de vista de la Mecánica de Fractura. El presente trabajo se ha basado en la influencia que ejerce en el aspecto geométrico de estas zonas TTS el tiempo de exposición del acero al hidrógeno considerando, a partir de estudios previos, la apariencia prácticamente elíptica que adoptan dichas zonas [9].

2. PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL

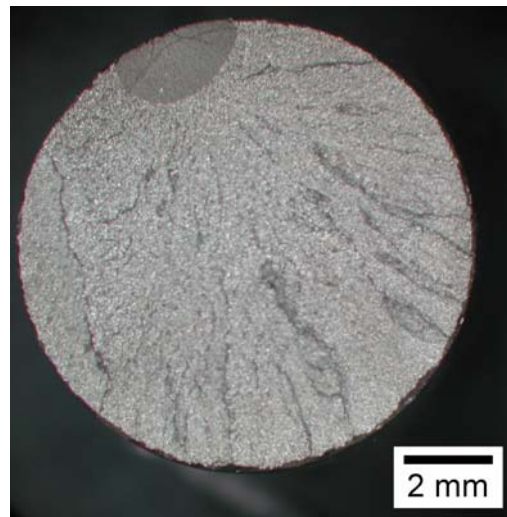
Para realizar el presente estudio se ha utilizado como material un *alambroón perlítico* (0.789% C, 0.681% Mn, 0.21% Si, 0.010% P, 0.008% S, 0.005% Al, 0.218% Cr y 0.061% V). Se han realizado ensayos de tracción simple hasta rotura en ambiente catódico de FAH con alambres de 12 mm de diámetro del citado material. Las probetas ensayadas tuvieron una longitud de 300 mm, ya que ésta es la longitud más apropiada para la geometría de alambres según estudios previos [10]. La ejecución de éstos se llevó a cabo a diferentes velocidades de sollicitación (velocidad 1: 0.005 mm/min, velocidad 2: 0.01 mm/min y velocidad 3: 0.1 mm/min), de tal manera que el tiempo de exposición al hidrógeno de las probetas es diferente en cada caso. Para cada una de estas velocidades se realizaron al menos tres ensayos de tal manera que los datos utilizados para este artículo suponen el valor medio de éstos.

El ambiente catódico se simuló con una celda electroquímica en la que se introdujo una disolución saturada de $\text{Ca}(\text{OH})_2$ con 0.1 g/l de NaCl (pH 12.5), estando a su vez conectada a un potencióstato que mantuvo un potencial de -1200 mV ECS durante la ejecución de los ensayos. El potencial electroquímico que se ha elegido para la realización de este trabajo queda justificado en estudios previos realizados con materiales muy parecidos a los estudiados aquí [11-13]. En éstos se manifiesta que el valor de -1200 mV con respecto al electrodo de calomelanos saturado (ECS) junto al pH de 12.5 aporta unas condiciones electroquímicas que favorecen el fenómeno de fragilización por hidrógeno en los aceros eutectoides o perlíticos.

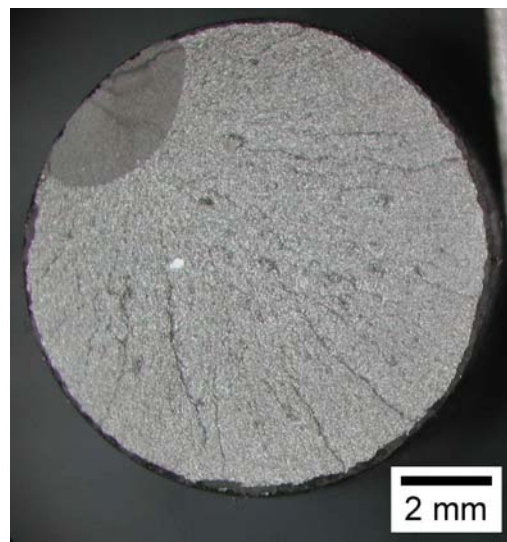
En la Figura 1 se muestran varias superficies de fractura obtenidas después de los ensayos, una representativa de cada velocidad de sollicitación. Se puede comprobar que la superficie de fractura está situada en un solo plano, transversal al eje del alambre y por lo tanto al de sollicitación. Este hecho denota un comportamiento en fractura isótropo y una superficie con apariencia lisa a escala macroscópica [14]. La zona oscura parece ser la zona de proceso de fractura, i.e., la zona donde se debió iniciar la fractura de manera subcrítica hasta alcanzar la situación crítica de tensión y concentración de hidrógeno, momento en el cual la propagación de la fractura provoca la rotura total de la probeta. Según estudios previos esta zona está asociada a la presencia de hidrógeno y la topografía que la define es la conocida como TTS [2,7].



(a)



(b)



(c)

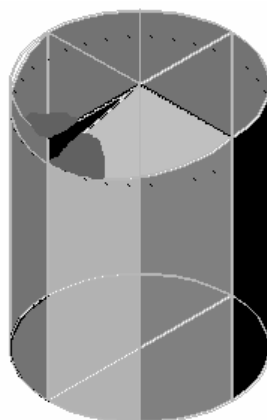
Figura 1. Superficies de fractura obtenidas con diferentes velocidades de sollicitación: a) 0.1 mm/min, b) 0.01 mm/min y c) 0.005 mm/min.

Se puede observar que el tamaño y forma de estas zonas TTS no es constante, diferenciándose en función de la velocidad de sollicitación, o lo que esto implica en realidad: el *tiempo de exposición al hidrógeno*. Para las velocidades más rápidas (menor inferior tiempo de exposición al hidrógeno) se ha encontrado un tamaño de la zona TTS inferior, e incluso se ha observado en todos los ensayos que aparecen varias zonas TTS muy próximas entre sí. Por el contrario, a menores velocidades (0.01 mm/min y 0.005 mm/min) se ha encontrado una única zona TTS en la superficie de fractura, siendo ésta mayor a medida que la velocidad de sollicitación disminuye.

Esto parece indicar que inicialmente se producen varias zonas TTS muy próximas entre sí y, si el tiempo de exposición al hidrógeno es suficiente (velocidades de sollicitación lentas), éstas llegan a *coalescer* dando lugar a una única zona TTS que va aumentando su tamaño mientras el material se mantenga expuesto al hidrógeno. Además, se ha apreciado que las dos zonas TTS que tienden a coalescer se pueden encontrar situadas en distintos planos (Figura 2), lo cual indica que debió existir una entrada de hidrógeno a distintas alturas provocando diferentes *planos de fisuración*, hecho que ya ha sido observado en muestras entalladas de acero perlítico en condiciones de FAH [15].



(a)



(b)

Figura 2. Planos de fisuración a distintas alturas dentro de la superficie de fractura: a) fotografía, b) esquema.

3. ANÁLISIS FRACTOGRÁFICO CUANTITATIVO

Para analizar cómo varía el tamaño del área ocupada por la fractografía TTS (A_{TTS}) en función del tiempo de exposición al hidrógeno, se ha cuantificado el valor de esta superficie con un programa de análisis de imagen. En la Figura 3 se puede estimar que la fractografía TTS abarca un mayor porcentaje del área total de la superficie de fractura (A_T) a medida que la velocidad de sollicitación es menor, i.e., a medida que el tiempo de exposición al hidrógeno es mayor, lo cual parece lógico desde que esta fractografía está vinculada a la difusión del hidrógeno en el interior del material [6].

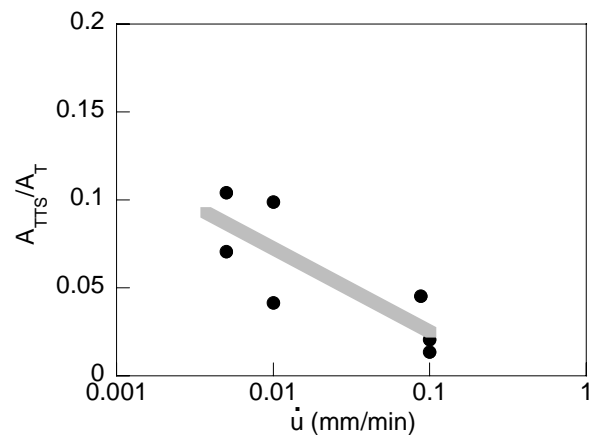


Figura 3. Gráfica comparativa del área ocupada por la superficie TTS en función de la velocidad de sollicitación.

Por otro lado, otro parámetro interesante a cuantificar desde el punto de vista de la Mecánica de Fractura, debido que estas zonas TTS crecen desde la superficie de la probeta hacia el interior de ésta (Figura 1), es la profundidad máxima que llegan a alcanzar en el instante de rotura. De esta manera en la Figura 4 se ha representado la evolución del valor de la profundidad máxima de la zona TTS (a), adimensionalizada respecto al diámetro de la probeta (D), en función de la velocidad de sollicitación o, lo que viene a ser lo mismo, el tiempo de exposición al hidrógeno.

Tal como era de esperar, el resultado indica que a medida que aumenta la velocidad de sollicitación, y por lo tanto disminuye el tiempo de exposición al hidrógeno, la profundidad de la zona TTS disminuye. Esto concuerda con el gráfico de la Figura 3, en el que el porcentaje de superficie dañada también disminuye a velocidades más rápidas. Esto es así porque a medida que la velocidad de sollicitación es más lenta el hidrógeno tiene más tiempo para introducirse hacia el interior de la probeta y avanzar hacia una zona más profunda, i.e., el hidrógeno, a velocidades lentas, no sólo abarca mayor porcentaje del perímetro de la superficie de la probeta sino que también profundiza más hacia el interior.

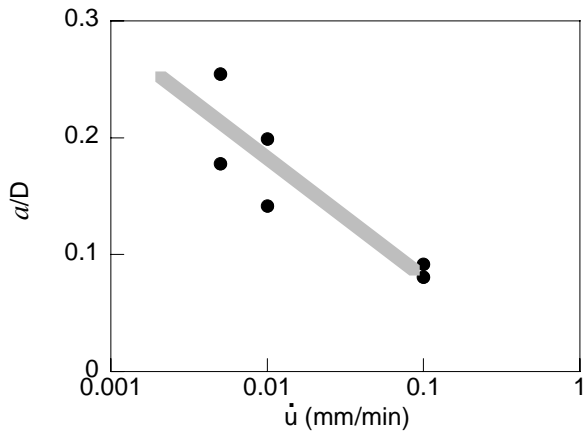


Figura 4. Gráfica comparativa de la variación de la profundidad de la superficie TTS en función de la velocidad de sollicitación.

Las zonas afectadas por el hidrógeno tienden a adoptar una forma semejante a la de una elipse (Figura 5). Por ello, el parámetro obtenido a partir del cociente entre el semieje menor de esta geometría, que viene representado por el valor de la profundidad máxima (a), y el semieje mayor (b), supone un factor indicativo de la esbeltez de la geometría elíptica. Además, respecto a la importancia de este cociente en la Mecánica de la Fractura existen fórmulas predefinidas que incluyen el parámetro a/b (factor de aspecto) para calcular el factor de intensidad de tensiones de alambres con prefisuras que se asemejan a la geometría elíptica [16].

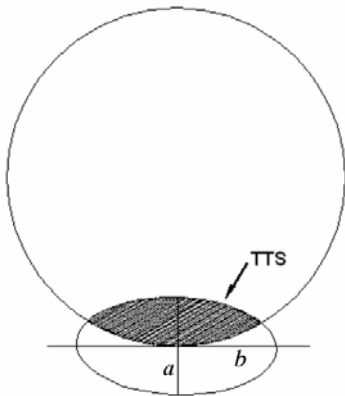


Figura 5. Geometría elíptica adoptada por las superficies afectadas por el hidrógeno (zonas TTS).

En la gráfica de la Figura 6 se representa la evolución del cociente a/b en función de la velocidad de sollicitación. En este caso se advierte que, aun sin existir una tendencia clara de los puntos representados, se señala un ligero ascenso del cociente a/b a medida que la velocidad de sollicitación es más elevada. Esto parece indicar que a medida que el tiempo de exposición al hidrógeno es mayor el área afectada directamente por este elemento (zona TTS) tiende a una geometría elíptica más esbelta, i.e., con menor valor del cociente a/b . En la Figura 7 se ha esbozado un esquema aclaratorio de esta evolución.

A partir de las Figuras 1 y 6 se puede deducir que a altas velocidades de sollicitación (0.1 mm/min) el hidrógeno produce varias zonas TTS de un tamaño pequeño y una geometría cuasi-esférica. A medida que la velocidad de sollicitación disminuye, y por lo tanto el tiempo de exposición al hidrógeno aumenta, la superficie con la topografía TTS abarca una única zona pero con una superficie mayor, adoptando una geometría más elíptica, fruto en algunos casos de la coalescencia de varias zonas TTS más pequeñas y próximas entre sí.

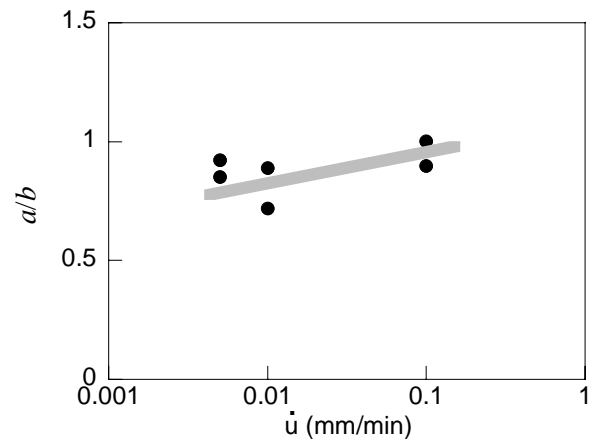


Figura 6. Gráfica comparativa del cociente a/b , parámetro indicativo del aspecto geométrico de la zona TTS, en función de la velocidad de sollicitación.

En el caso de los ensayos realizados a velocidades de sollicitación altas, 0.1 mm/min, se vieron, tal como se ha comentado previamente, varias zonas afectadas por el hidrógeno, i.e., zonas con fractografía TTS. Dentro de éstas, las medidas obtenidas del cociente a/b están más próximas a la unidad (geometría circular) en los casos en los que la zona TTS era menor. Este hecho refuerza la suposición de que a medida que penetra más cantidad de hidrógeno en el acero la forma de la zona TTS adquiere una geometría más elíptica (Figura 7).

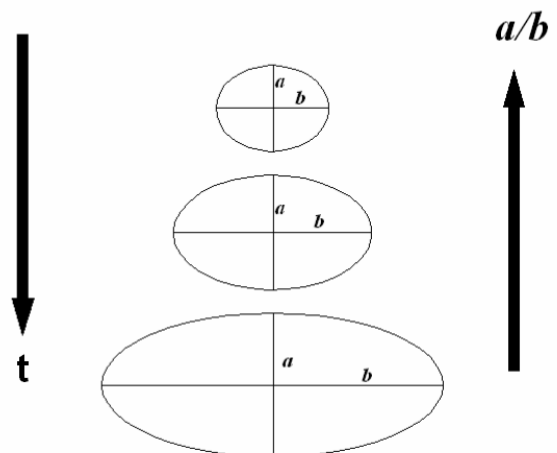


Figura 7. Esquema de la evolución seguida por la superficie TTS con el tiempo hasta rotura (t).

4. CONCLUSIONES

- En el alambcón, acero perlítico sin trefilar, la geometría de la zona afectada por el hidrógeno (zona TTS) se ve condicionada por el tiempo de exposición al hidrógeno durante el ensayo.
- En la primera etapa de formación la zona TTS adopta una geometría cercana al semicírculo y, si hay tiempo suficiente para difundirse más hidrógeno, esa geometría tiende a ser cada vez más elíptica.
- A tiempos de exposición al hidrógeno bajos pueden aparecer varias zonas TTS semicirculares situadas muy próximas entre sí, aunque sólo una de ellas alcanza el estado crítico de concentración de hidrógeno vs. tensión, siendo ésta la responsable de la rotura final de la probeta.
- Si estas zonas TTS próximas entre sí pudieran seguir creciendo durante un mayor tiempo de ensayo (velocidad de sollicitación inferior), tenderían a *coalescer* entre ellas, dando como resultado una geometría elíptica muy esbelta.
- A nivel macroscópico también se pueden distinguir distintos *planos de fisuración* dentro de una misma superficie de fractura, consecuencia directa de que el hidrógeno haya penetrado hacia el interior de la probeta a distintas alturas.

AGRADECIMIENTOS

La investigación fue realizada con la ayuda del Ministerio de Ciencia y Tecnología (Proyecto MCYT-FEDER MAT2002-01831), Ministerio de Educación y Ciencia (Proyecto BIA2005-08965), Junta de Castilla y León (Proyectos SA067A05 y SA111A07), Universidad de Salamanca (Proyecto USAL 2005-09) y Fundación “Memoria de D. Samuel Solórzano Barruso”. Además, los autores desean expresar su gratitud a la factoría TREFILERÍAS QUIJANO (Cantabria) por el suministro de acero utilizado en el programa experimental.

REFERENCIAS

- [1] Beloglazov, S.M., Peculiarity of hydrogen distribution in steel by cathodic charging. *Journal of Alloys and Compounds*, 2003, **356-357**, 240-243.
- [2] Wayne, G., Corrosion and embrittlement of high-strength steel bridge wires. Ph. D. Thesis, Columbia University, 2001.
- [3] Vehovar, L., Kuhar, V., Vehovar, A., Hydrogen-assisted stress-corrosion of prestressing wires in a motorway viaduct. *Engineering Failure Analysis*, 1998, **5**, 21-27.
- [4] Woodtli, J., Kieselbach, R., Damage due to hydrogen embrittlement and stress corrosion cracking. *Engineering Failure Analysis*, 2000, **7**, 427-450.
- [5] Toribio, J., Kharin, V., Vergara, D., Blanco, J.A., Ballesteros, J.G. Influence of residual stresses and strains generated by cold drawing on hydrogen embrittlement of prestressing steels. *Corrosion Science*, 2007, **49**, 3557-3569.
- [6] Toribio, J., Lancha, A.M., Elices, M., Characteristics of the new tearing topography surface. *Scripta Metallurgica et Materialia*, 1991, **25**, 2239-2244.
- [7] Toribio, J., Vasseur, E., Hydrogen-assisted micro-damage evolution in pearlitic steel. *Journal of Materials Science Letters*, 1997, **16**, 1345-1348.
- [8] Toribio, J., Ayaso, F.J., González, B., Matos, J.C., Vergara, D., Estimación ingenieril del factor de intensidad de tensiones crítico en alambres fisurados. *Anales de Mecánica de la Fractura*, 2002, **19**, 501-506.
- [9] Toribio, J., Fracture mechanics approach to hydrogen-assisted microdamage in eutectoid steel. *Metallurgical and Materials Transactions*, 1997, **28A**, 191-197.
- [10] Toribio, J., On the intrinsic character of the stress-strain curve of a prestressing steel. *Journal of Testing and Evaluation*, 1992, **20**, 357-362.
- [11] Lancha, A. M., Influencia del trefilado en la corrosión bajo tensión de aceros eutectoides. Tesis Doctoral, Universidad Complutense de Madrid. 1987.
- [12] Ovejero, E., Fractura en ambiente agresivo de aceros perlíticos con distinto grado de trefilado. Tesis Doctoral, Universidad de A Coruña, 1998.
- [13] Parkins, R. N., Elices, M., Sánchez Gálvez, V., Caballero, L., Environment sensitive cracking of pre-stressing steels. *Corrosion Science*, 1982, **22**, 379-405.
- [14] Ayaso, J., González, B., Matos, J.C., Vergara, D., Lorenzo, M., Toribio, J., Análisis fractográfico cuantitativo del comportamiento en fractura de aceros perlíticos progresivamente trefilados. *Anales de Mecánica de la Fractura*, 2005, **22**, 128-233.
- [15] Vergara, D., Fragilización por hidrógeno de aceros de pretensado sometidos a estados triaxiales de tensión. Tesis Doctoral, Universidad de Salamanca, 2007.

- [16] Álvarez, N., González, B., Matos, J.C., Toribio, J., Factores de intensidad de tensiones y propagación de fisuras por fatiga en geometrías cilíndricas. *Anales de Mecánica de la Fractura*, 2006, **1**, 333-338.

COMPORTAMIENTO MECÁNICO DE ACEROS PERLÍTICOS ESFEROIDIZADOS EN CONDICIONES AMBIENTALES ANÓDICAS Y CATÓDICAS

D. Vergara¹, P. Fernández², J.J. Martín² y J. Toribio²

¹ Departamento de Ingeniería Mecánica, Universidad de Salamanca
E.P.S., Campus Viriato, Avda. Requejo 33, 49022 Zamora
Tel: (980) 54 50 00; Fax: (980) 54 50 02, Correo-e: dvergara@usal.es

² Ingeniería de Materiales, Universidad de Salamanca
E.P.S., Campus Viriato, Avda. Requejo 33, 49022 Zamora

RESUMEN

En este artículo se presenta un *análisis mecánico y fractográfico* de diferentes aceros perlíticos sometidos a tratamientos térmicos de esferoidización y posteriormente al ensayo de tracción simple hasta rotura en condiciones ambientales agresivas, tanto anódicas como catódicas. Los aceros estudiados proceden de los extremos de una cadena de trefilado, i.e., alambcón inicial laminado en caliente y alambre de pretensado comercial (producto final de la cadena). El estudio realizado muestra que los aceros esferoidizados a partir del alambre de pretensado, que presentan una suerte de *esferoidización anisótropa*, son menos susceptibles a estos ambientes agresivos que los aceros obtenidos a partir del alambcón, que presentan una *esferoidización isotropa*. Aún así, en términos generales, se ha observado una mayor susceptibilidad de ambos aceros esferoidizados a los ambientes catódicos que a los anódicos.

ABSTRACT

In this paper, a *mechanic and fractographic analysis* is presented of different pearlitic steels subjected to spheroidization heat treatments and later to standard tension test until collapse under aggressive environmental conditions, both anodic and cathodic. Studied steels belong to the initial and the final steps of a drawing process, i.e., hot rolled steel bar (not cold drawn at all) and prestressing steel wire (final commercial product). The realized study shows that spheroidized steels obtained from the prestressing steel wires, that exhibit a sort of *anisotropic spheroidization*, are less sensitive to these aggressive environments than the steels obtained from the hot rolled steel bar, that exhibit an *isotropic spheroidization*. Despite this, in general, more sensitivity to cathodic than anodic environments is observed in spheroidized steels.

PALABRAS CLAVE: fractografía, aceros esferoidizados, ambientes agresivos

1. INTRODUCCIÓN

Los materiales metálicos pueden presentar diferente microestructura no sólo debido a su composición química sino también al proceso de obtención, al de conformación o a algún tratamiento específico que hayan recibido (e.g. tratamientos térmicos). Teniendo en cuenta que la microestructura de un material afecta a su comportamiento en fractura, se puede establecer una clara relación entre sus características microscópicas y sus características macroscópicas.

Este artículo analiza el *comportamiento mecánico y fractográfico* de diferentes aceros esferoidizados en condiciones ambientales agresivas (ambiente catódico y anódico), atendiendo principalmente a la diferente microestructura que éstos presentan, a pesar de tener todos idéntica composición química.

Los materiales analizados en este artículo son aceros perlíticos procedentes de los extremos de una cadena de trefilado (alambcón y alambre de pretensado) a los que posteriormente se les ha aplicado un tratamiento térmico específico para conseguir una *microestructura globular*, el mismo que se empleó en estudios previos para analizar el comportamiento en fractura de *aceros perlíticos esferoidizados* en ambiente inerte [1]. En este trabajo se va a comparar el comportamiento mecánico y fractográfico de estos dos aceros al someterlos a ambientes agresivos diferentes y a un ambiente inerte.

El proceso de globulización o esferoidización que se produce en la cementita del compuesto perlítico debido a diversos tratamientos térmicos ha sido ampliamente estudiado [2-4]. Incluso el comportamiento en fractura

de los aceros esferoidizados ha captado la atención del mundo científico desde hace décadas [5-8] y, en los últimos años, estos aceros han mostrado un especial interés debido a que facilitan el estudio de la influencia del hidrógeno en el mecanismo de fractura [9,10], ya que, en muchos casos, el hidrógeno causa una degradación de las propiedades mecánicas de estos materiales sin cambiar su modo normal de fractura, tal como se ha comprobado en el presente trabajo.

Los aceros esferoidizados tienen un comportamiento dúctil, favoreciendo la coalescencia de microhuecos (CMH) como mecanismo de fractura. La nucleación, crecimiento y coalescencia de estos huecos se ve fuertemente afectada por la cantidad, tamaño, forma y distribución de las partículas de carburo que se encuentran en este tipo de aceros [4,7]. Por ello, en este trabajo se han analizado dos aceros esferoidizados con distinta distribución de carburos, uno con una microestructura anisótropa y otro con una isotrópica, de tal manera que se pueda estudiar en detalle la posible influencia que ejerce esta diferente distribución en el comportamiento en fractura de estos aceros al someterlos a condiciones ambientales agresivas anódicas y catódicas.

Para evaluar el comportamiento en fractura en dichos ambientes agresivos de los aceros esferoidizados considerados, se han realizado *mapas de fractura microscópica* (MFM) de las superficies de fractura obtenidas de los ensayos de tracción simple que se han aplicado a los diferentes materiales. Estos MFM ya han sido empleados como una técnica fractográfica cuantitativa en artículos previos [1] para analizar la zona de proceso de fractura en un material.

2. PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL

Los materiales empleados son aceros eutectoides que proceden de los extremos de una cadena de trefilado (alambrón y alambre de pretensado) que posteriormente se han tratado térmicamente para conseguir una estructura globular. De esta manera, la composición de todos estos materiales es la misma (C 0.789%, Mn 0.681%, Si 0.21%, P 0.010%, S 0.008%, Al 0.005, Cr 0.218%, V 0.061%). Para mantener la misma nomenclatura que la empleada en publicaciones previas de los autores [1] se ha establecido:

- E0*: alambrón con estructura globular (figura 1). Producto obtenido al aplicar el tratamiento térmico de esferoidización al alambrón comercial E0 (con estructura laminar) que no ha pasado por ninguna hilera de trefilado.
- E7*: alambre de pretensado con estructura globular (figura 2). Producto obtenido al aplicar un tratamiento térmico de esferoidización al producto final de la cadena de trefilado de siete hileras, acero E7 (con estructura laminar).

Tal como se puede observar en las figuras 1 y 2, el acero E0* presenta una microestructura isotrópica, mientras que el acero E7* presenta un alto grado de anisotropía, estando claramente orientados los granos de cementita globular en la dirección de trefilado. Esta distribución es debida a la herencia de la anisotropía microestructural que presenta previamente el acero E7, manteniendo una dirección privilegiada de las láminas de cementita [1]. La explicación del porqué esta suerte de anisotropía tiende a conservarse aún después de esferoidizar la microestructura del acero se basa en la evolución del propio proceso de esferoidización, pues inicialmente las láminas de cementita se rompen en placas de proporciones 6:1-8:1 que posteriormente adoptan la forma esférica [2-3].

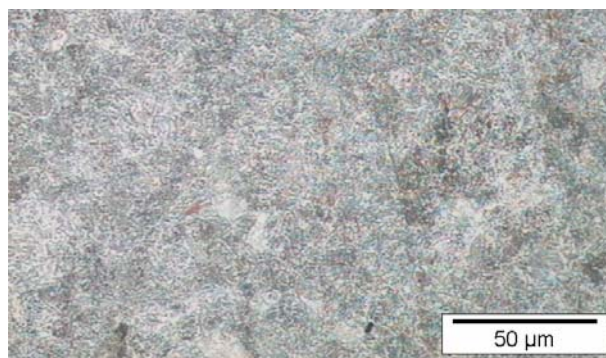


Figura 1. Microestructura en un plano longitudinal del acero E0*.

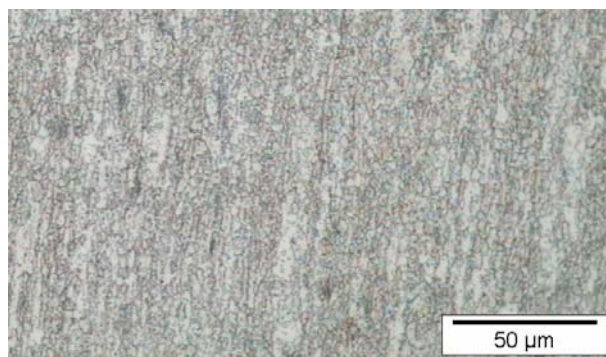


Figura 2. Microestructura en un plano longitudinal del acero E7*.

El tratamiento térmico aplicado a los aceros, acorde a la normativa establecida [11], se basa en estudios previos [1] que mostraban que se alcanzaba un resultado óptimo de globulización completa al introducir las probetas en un horno a 700 °C, mantenerlas a esa temperatura durante 48 horas y, posteriormente, apagar el horno dejando que las probetas se enfriaran lentamente en su interior. Las posibles diferencias observadas en el tamaño de los granos de cementita globular en el acero E0* y el E7* son debidas a que los materiales de partida de ambos, E0 y E7 respectivamente, presentan un espaciado interlaminar diferente y por lo tanto el tratamiento térmico afecta de diferente manera al proceso de esferoidización, ya que este proceso se acelera cuanto más fina sea la estructura laminar [2].

Para estudiar el comportamiento mecánico de estos aceros se ensayaron a tracción simple hasta rotura en ambiente de *Disolución Anódica Localizada* (DAL) y de *Fragilización Asistida por Hidrógeno* (FAH). El primero de ellos, ambiente anódico, se simuló con una disolución saturada de $\text{Ca}(\text{OH})_2$ con 0.1 g/l de NaCl (pH 12.5) y un potencial electroquímico de -600 mV ECS. El ambiente catódico de FAH se simuló con la misma disolución pero con un potencial electroquímico de -1200 mV ECS.

Las superficies de fractura obtenidas a partir de estos ensayos de tracción simple han servido para analizar el comportamiento en fractura en ambientes agresivos de los aceros esferoidizados. Las probetas ensayadas tuvieron una longitud de 300 mm, ya que ésta es la longitud más apropiada para la geometría de alambres según estudios previos [12].

3. ANÁLISIS MECÁNICO

Se ha podido comprobar que las condiciones ambientales anódicas y catódicas no afectan a la curva de comportamiento de los aceros esferoidizados, independientemente de la velocidad de sollicitación, i.e., del tiempo de exposición de la probeta al ambiente agresivo. En las gráficas de las figuras 3 y 4 se han representado los datos de las deformaciones máximas en ambiente agresivo (ϵ_{MAX}) adimensionalizadas respecto al valor de deformación máxima en ambiente inerte (ϵ_0). En la figura 3 se representan los valores de este cociente ($\epsilon_{\text{MAX}}/\epsilon_0$) obtenidos en los ensayos realizados con el acero E0* para los dos ambientes analizados, FAH y DAL, a diferentes velocidades de sollicitación. En la figura 4 se considera lo mismo para el acero E7*. Se puede apreciar que, para ambos casos, la curva de ajuste disminuye de valores cuando la velocidad de sollicitación (\dot{u}) es menor. Además se puede ver que esta pendiente de descenso es superior en el ambiente de FAH, lo cual indica que los aceros esferoidizados son más susceptibles a las condiciones ambientales catódicas (FAH) que a las anódicas (DAL).

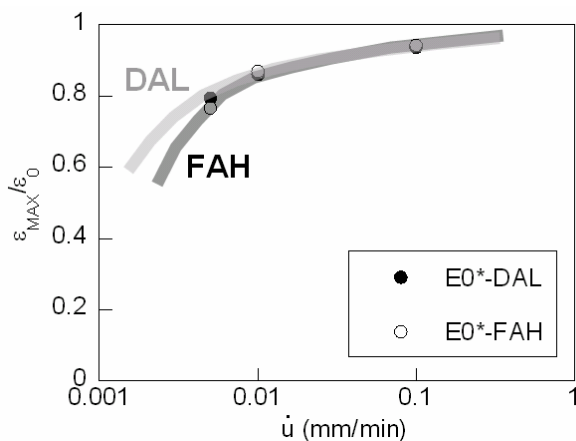


Figura 3. Gráfica $\epsilon_{\text{MAX}}/\epsilon_0$ vs. \dot{u} del acero E0* ensayado en ambientes anódicos y catódicos.

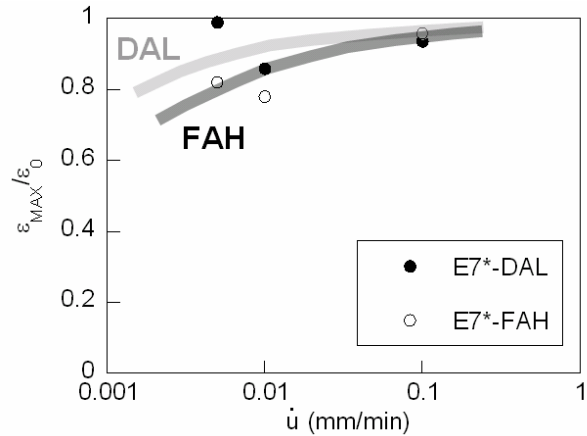


Figura 4. Gráfica $\epsilon_{\text{MAX}}/\epsilon_0$ vs. \dot{u} del acero E7* ensayado en ambientes anódicos y catódicos.

4. ANÁLISIS FRACTOGRÁFICO

En estudios previos [1] se comprobó que los aceros con estructura globular al ser ensayados a tracción simple en ambiente inerte presentan superficies de fractura isotropas, con independencia de si la microestructura globular muestra o no anisotropía. Estas superficies están distribuidas en varias zonas bien diferenciadas [1]: una corona o anillo exterior formada por coalescencia de microhuecos (CMH); una zona central o zona de proceso de fractura (ZPF), de aspecto más *fibroso*, también formada por CMH aunque de mayor tamaño; y otra zona intermedia situada entre las dos anteriores, que presenta unas marcas radiales que parten de la zona central y se dirigen hacia la corona o anillo exterior, indicando que la fractura se propaga radialmente desde el centro hacia la corona.

En este trabajo se ha comprobado que el comportamiento en fractura a nivel macroscópico de los aceros esferoidizados en ambientes agresivos DAL ó FAH, se produce de igual manera que en ambiente inerte, i. e., el proceso de fractura se inicia en el centro de la probeta, propagándose posteriormente de forma radial en un mismo plano hasta crear la apariencia de rotura en copa y cono.

Con la ayuda de una lupa óptica se han elaborado mapas de fractura microscópica (MFM) sobre los cuales se ha realizado, mediante un equipo de análisis de imagen, una serie de medidas sobre las distintas superficies de fractura (figura 5):

- Área total de la superficie final de fractura (S_F).
- Área de la corona o anillo exterior (S_{CE}).

Las diferentes superficies de fractura se obtuvieron de los ensayos de tracción simple realizados en condiciones ambientales anódicas y catódicas a tres velocidades de sollicitación diferentes (0.005 mm/min, 0.01 mm/min y 0.1 mm/min). De cada situación se

realizaron tres ensayos como mínimo, tomando posteriormente las medidas de S_F y de S_{CE} sobre cada superficie de fractura, para calcular posteriormente el valor medio de los parámetros a analizar para el estudio cuantitativo de la fractografía.

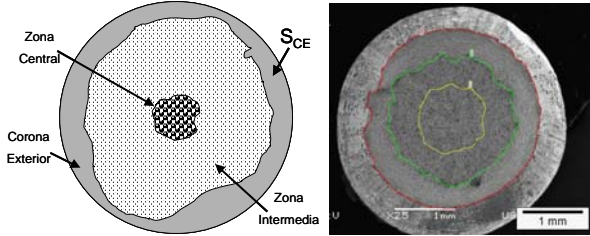


Figura 5. Medidas sobre las superficies de fractura.

El primero de ellos es el porcentaje de reducción de área Z (estricción), que es una medida de la deformación plástica (ductilidad) que puede soportar el material, y se define mediante:

$$Z (\%) = 100 (S_0 - S_F) / S_0 \quad (1)$$

siendo S_0 el valor de la sección de la probeta antes de haber sido ensayada a tracción. Por otro lado, el valor de S_{CE} se ha calculado en términos porcentuales con relación al área de la superficie de fractura S_F de la muestra en cuestión:

$$S_{CE} (\%) = 100 (S_{CE} / S_F) \quad (2)$$

Respecto a la estricción Z (%) se puede observar en las figuras 6 y 7 una clara diferencia de valores en función del ambiente agresivo y tipo de acero esferoidizado. En ambas figuras se observa que el ambiente catódico fragiliza a los aceros esferoidizados en mayor medida que en ambiente anódico, lo cual corrobora lo visto en las figuras 3 y 4. Aún así, se aprecia una mayor diferencia en el caso del acero E0* que en el E7* ya que para este último los valores de la Z (%) son muy próximos para ambos ambientes.

El área de la corona exterior S_{CE} es otro factor indicativo de la ductilidad de estos aceros esferoidizados, pudiendo afirmar que cuanto menor sea esta superficie más frágil será el material. De esta manera se puede observar en las figuras 8 y 9 que se mantiene lo ya observado en el análisis anterior de la deformación máxima y de la estricción: los aceros eutectoides esferoidizados son más susceptibles al ambiente catódico FAH que al ambiente anódico DAL. Además se vuelve a apreciar una mayor influencia de estos ambientes en el caso del acero E0* que en el caso E7*, en el cual la diferencia de valores de la S_{CE} (%) es muy parecida en ambos ambientes agresivos.

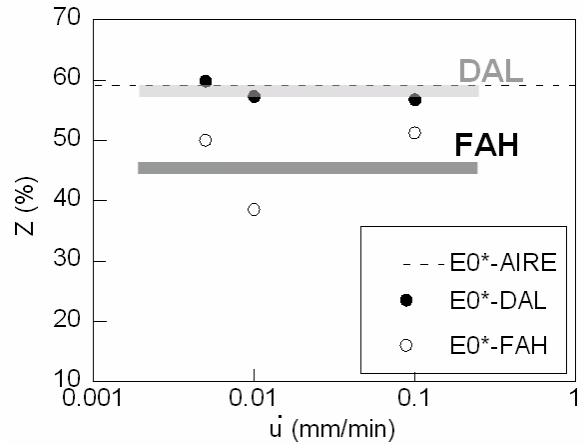


Figura 6. Gráfica Z (%) vs. \dot{u} del acero E0* ensayado en ambientes anódicos y catódicos.

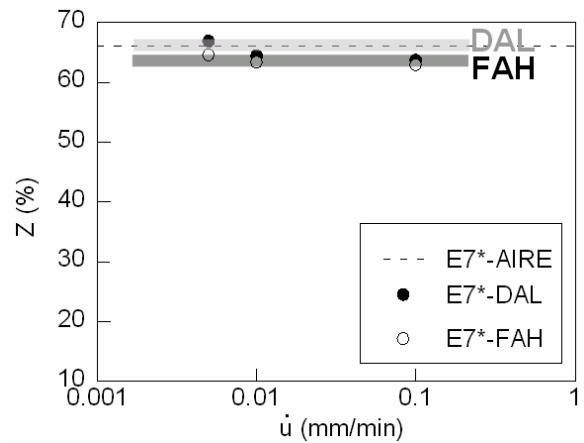


Figura 7. Gráfica Z (%) vs. \dot{u} del acero E7* ensayado en ambientes anódicos y catódicos.

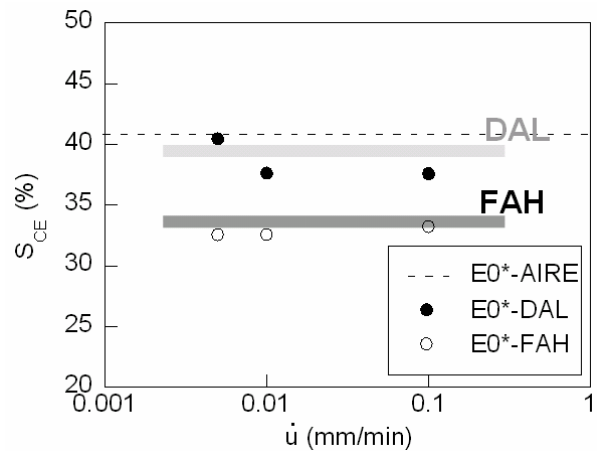


Figura 8. Gráfica S_{CE} (%) vs. \dot{u} del acero E0* ensayado en ambientes anódicos y catódicos.

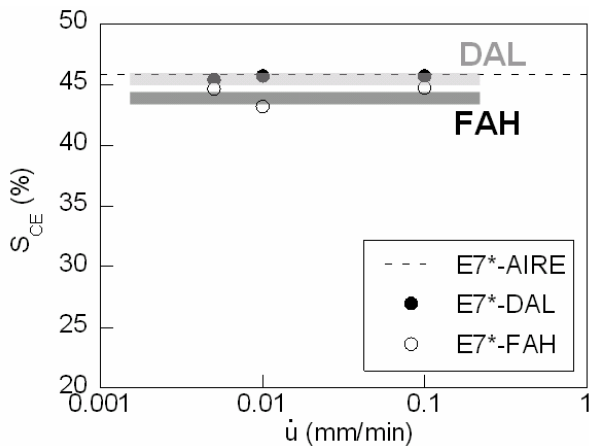


Figura 9. Gráfica S_{CE} (%) vs. \dot{u} del acero E7* ensayado en ambientes anódicos y catódicos.

Teniendo en cuenta estas diferencias del comportamiento de los aceros E0* y E7* para el caso de la Z (%) y de la S_{CE} (%), y comprobando que también en el caso de las deformaciones máximas $\varepsilon_{MAX}/\varepsilon_0$ se aprecia una menor susceptibilidad del acero E7* en ambos ambientes agresivos, se puede sugerir que la anisotropía microestructural del acero E7* puede ser el factor que determine esta menor susceptibilidad. En el caso de FAH, una posible explicación pudiera ser que, como la cementita actúa como una barrera de la difusión del hidrógeno y, en el caso del acero E7*, ésta está alineada (aunque sea de manera discontinua) en una dirección perpendicular a la dirección de difusión del hidrógeno, esto supone un mayor impedimento al movimiento de átomos de hidrógeno que el que puede ocasionar la microestructura isotrópica del acero E0*.

De esta manera se puede considerar que los aceros esferoidizados con cierta *anisotropía microestructural*, además de mantener el alto grado de ductilidad que le corresponde a los aceros globulizados en general [1], son menos susceptibles a las condiciones ambientales agresivas que los aceros esferoidizados con una microestructura isotrópica, especialmente a los ambientes catódicos (FAH) que, como se ha visto, afectan en mayor medida a este tipo de aceros.

5. CONCLUSIONES

- Las condiciones ambientales catódicas y anódicas no afectan a la curva de comportamiento de los aceros esferoidizados.
- El comportamiento en fractura a nivel macroscópico de los aceros esferoidizados en ambientes agresivos FAH ó DAL, se produce de igual manera que en ambiente inerte, i. e., el proceso de fractura se inicia en el centro de la probeta, propagándose posteriormente de forma radial en un mismo plano hasta crear la apariencia de rotura en copa y cono.

- Los aceros perlíticos esferoidizados son más susceptibles a los ambientes catódicos (FAH) que a los ambientes anódicos (DAL), pudiendo comprobar esto en los valores más bajos de la deformación máxima, de la estricción y del área de la corona exterior, en el caso FAH.
- Los aceros esferoidizados con cierta *anisotropía microestructural* manifiestan una menor diferencia en el comportamiento fractográfico frente a los dos ambientes agresivos analizados, FAH y DAL, que los aceros esferoidizados con isotropía microestructural. Esto se ha observado en los registros gráficos de la estricción y del área de la corona exterior.
- Dentro de los aceros perlíticos esferoidizados, los que presentan una cierta anisotropía microestructural son menos susceptibles a los ambientes agresivos que los aceros esferoidizados completamente isotrópicos, especialmente a los ambientes catódicos que afectan en mayor medida a este tipo de aceros.

AGRADECIMIENTOS

La investigación fue realizada con la ayuda del Ministerio de Ciencia y Tecnología (Proyecto MCYT-FEDER MAT2002-01831), Ministerio de Educación y Ciencia (Proyecto BIA2005-08965), Junta de Castilla y León (Proyectos SA067A05 y SA111A07), Universidad de Salamanca (Proyecto USAL 2005-09) y Fundación “Memoria de D. Samuel Solórzano Barruso”. Además, los autores desean expresar su gratitud a la factoría TREFILERÍAS QUIJANO (Cantabria) por el suministro de acero utilizado en el programa experimental.

REFERENCIAS

- [1] Vergara, D., García, J., García, J., Ayaso, F.J., Toribio, J., Análisis fractográfico cuantitativo del comportamiento en fractura de aceros perlíticos esferoidizados. *Anales de Mecánica de la Fractura*, 2007, **24**, 117-122.
- [2] Chattopadhyay, S., Sellars, C.M., Quantitative measurements of pearlite spheroidization. *Metallography*, 1977, **10**, 89-105.
- [3] Chattopadhyay, S., Sellars, C.M., Kinetics of pearlite spheroidization during static annealing and during hot deformation. *Acta Metallurgica*, 1982, **30**, 157-170.
- [4] Zhang, S.L., Sun, X.J., Dong, H., Effect of deformation on the evolution of spheroidization for the ultra high carbon steel. *Materials Science and Engineering*, 2006, **A432**, 324-332.

- [5] Park, I.-G., Thompson, A.W., Ductile fracture in spheroidized 1520 steel. *Acta Metallurgica*, 1988, **36**, 1653-1664.
- [6] Strnadel, B., Jonšta, Z., Distribution of dimple sizes of the fracture surface of spheroidized steel in the transition region. *Engineering Fracture Mechanics*, 1994, **48**, 863-871.
- [7] Lesuer, D.R., Syn, C.K., Sherby, O.D., Fracture behavior of spheroidized hypereutectoid steels. *Acta Metallurgica et Materialia*, 1995, **43**, 3827-3835.
- [8] Zhou, F., Wang, J.N., Lian, J.S., An investigation of the plastic failure of spheroidized steels. *Materials Science and Engineering*, 2002, **A332**, 117-122.
- [9] Maier, H.J., Popp, W., Kaesche, H., Effects of hydrogen on ductile fracture of a spheroidized low alloy steel. *Materials Science and Engineering*, 1995, **A191**, 17-26.
- [10] Krom, A.H.M., Maier, H.J., Koers, R.W.J., Bakker, A., The effect of strain rate on hydrogen distribution in round tensile specimens. *Materials Science and Engineering*, 1999, **A271**, 22-30.
- [11] ASM Metals Handbook, *Volume 4: Heat Treating* American Society of Metals, Metals Park, OH, 2006.
- [12] Toribio, J., On the intrinsic character of the stress-strain curve of a prestressing steel. *Journal of Testing and Evaluation*, 1992, **20**, 357-362.

MODELO MICROMECAÁNICO DE CRECIMIENTO DE GRIETAS PEQUEÑAS POR FATIGA: UNA APROXIMACIÓN BASADA EN DOS CONDICIONES UMBRALES

C. Vallengano, J. Vázquez, A. Navarro, J. Domínguez

Departamento de Ingeniería Mecánica y de los Materiales, E.T.S. de Ingenieros Industriales,
Universidad de Sevilla, Camino de los Descubrimientos s/n,
41092, Sevilla, Spain.
E-mail: carpofo@us.es

RESUMEN

Este trabajo presenta una descripción micromecánica del proceso de crecimiento de grietas pequeñas por fatiga basada en los sucesivos bloqueos de las zonas plásticas monotónica y cíclica en las barreras microestructurales (e.g. bordes de grano, límites de fase, etc). Esto permite establecer dos umbrales para el crecimiento de grietas por fatiga: uno relacionado con capacidad de la zona plástica monotónica para superar las sucesivas barreras del material (*umbral máximo*), y el otro asociado con la capacidad de la zona plástica cíclica para vencer también tales barreras (*umbral cíclico*). Esta descripción conecta de manera natural con las recientes tendencias en fatiga basadas en el uso de dos parámetros (K_{\max} y ΔK) para describir el proceso de propagación de las grietas.

ABSTRACT

This paper presents a micromechanical description of small fatigue crack growth based on the successive blocking of the monotonic and the cyclic plastic zone at the microstructural barriers (e.g. grain boundaries, phase limits, etc). Two fatigue crack growth thresholds can be established: one is related to the capability of the monotonic plastic zone to overcome the successive material barriers (*maximum threshold*), and other it is associated to the ability of the cyclic plastic zone to overcome such barriers too (*cyclic threshold*). This model connects in a natural way with recent advances in fatigue based on the use of two parameters (K_{\max} and ΔK) to describe the crack propagation process.

PALABRAS CLAVE: Fatiga, Crecimiento de grietas pequeñas, Condiciones umbrales.

1. INTRODUCCIÓN

Existe recientemente una tendencia, que cobra cada vez más fuerza, a describir el crecimiento de grietas por fatiga con modelos basados en dos parámetros independientes: uno relacionado con el rango de carga aplicada, e.g. ΔK , y otro proporcional al nivel máximo de la carga, e.g. K_{\max} [1-2]. Dichos modelos están superando en capacidad de predicción a los modelos tradicionales de un único parámetro (ΔK). No obstante, las propuestas planteadas hasta el momento son fundamentalmente fenomenológicas, y la mayoría se centran en el régimen de grietas grandes.

El actual trabajo presenta una descripción del crecimiento de grietas por fatiga desde el rango de grieta pequeña al de grieta grande, aportando como novedad el empleo de sendas condiciones umbrales, basadas en el rango y en el máximo, en la descripción del proceso global de propagación. El modelo permite describir físicamente el patrón oscilante de crecimiento de las grietas pequeñas y su interacción con la microestructura, conectando de manera natural con los modelos basados en dos parámetros y dando explicación a algunos de los resultados de estos últimos.

2. HIPÓTESIS DE TRABAJO

Antes de presentar el modelo es importante establecer con claridad las hipótesis de partida:

1. La carga cíclica es la principal responsable del daño por fatiga. Así, la velocidad de crecimiento (da/dN) será función del rango de dicha carga o sus variables derivadas, e.g. $\Delta\sigma$, ΔK , $\Delta\phi$ (rango de apertura en el frente de la grieta), etc. En este trabajo se supondrá da/dN función de $\Delta\phi$.
2. Las características microestructurales del material, tales como, bordes de grano, límites de fase e inclusiones, actúan como barreras al deslizamiento plástico, conteniendo la extensión de las zonas plásticas monotónica (ZPM) y cíclica (ZPC) delante de la grieta.
3. La ZPM evoluciona bloqueándose en las sucesivas barreras microestructurales. La capacidad de que la ZPM pueda extenderse más allá de una determinada barrera dependerá de la posibilidad de generar o no deslizamiento plástico detrás de la barrera. Dicha capacidad será función de los niveles máximos de carga aplicada (e.g. σ_{\max} , K_{\max} , etc).

4. La ZPC se extiende siempre dentro de la ZPM y su tamaño depende del rango de la carga aplicada (e.g. $\Delta\sigma$, ΔK , etc.). Las sucesivas barreras microestructurales existentes en la ZPM y previamente superadas por ésta, actuarán también como barreras para la ZPC. La capacidad para que la ZPC supere o no dichas barreras dependerá del rango de la carga aplicada (e.g. $\Delta\sigma$, ΔK , etc.).
5. No es posible que una grieta crezca por fatiga si no existe ZPC delante de ella. En efecto, dicha zona es donde se produce el daño cíclico en el material, asociado a irreversibilidades en el movimiento de las dislocaciones, a la acumulación y/o aniquilación de las mismas, etc., provocando así el progresivo avance de la grieta.

3. FORMULACIÓN DEL MODELO

El modelo matemático que se plantea tiene sus orígenes en el modelo de crecimiento de grietas por fatiga desarrollado por Navarro y de los Rios [3], el cual permite caracterizar la interacción de la grieta con las barreras microestructurales del material. La idea básica de dicho modelo es considerar que la zona plástica de la grieta progresa bloqueándose en las sucesivas barreras microestructurales del material. De esta manera, la grieta sólo podrá crecer más allá de dichas barreras si es capaz de activar deslizamiento plástico en los granos adyacentes; en caso contrario, se parará al alcanzar la barrera. A diferencia del modelo de los citados autores, el modelo actual plantea las expresiones matemáticas tanto para el proceso de carga, como para el proceso de descarga, lo que permite establecer dos condiciones umbrales independientes para la propagación de la grieta, más acorde con la evidencia experimental.

Supóngase una grieta de longitud $2a$ que atraviesa un cierto número de granos de un policristal cuando está sometida a la máxima tensión del ciclo. La zona plástica monotónica se supone bloqueada por una barrera genérica i (véase figura 1 para la notación). Por simplicidad se considera un tamaño de grano igual a D constante, y que sólo actúan como barreras los bordes de grano. La grieta propiamente dicha, su zona plástica y la zona de la barrera se modelan mediante una distribución continua de dislocaciones. Las dislocaciones de borde, situadas en el plano de la grieta (como en el esquema de la figura 1), permiten simular el Modo II de apertura, y situadas perpendicular a dicho plano, modelan el Modo I. Para reproducir el Modo III se emplean dislocaciones de tornillo. En general, la grieta soporta una oposición a la apertura de sus caras representada por una tensión σ_1^i , usualmente considerada despreciable. En la ZPM, que se extiende desde el frente de grieta hasta la barrera donde se encuentra bloqueada, actúa una tensión σ_2^i , que representa la oposición al deslizamiento plástico o resistencia a la fluencia del material. Por último, la barrera se considera como una pequeña zona extra de longitud r_0^i ($r_0^i \ll D$), que representa el tamaño típico

de la interfase entre granos o límites de fase adyacentes. En esta zona se considera que actúa una tensión σ_3^i , la cual representa la presión que soporta la barrera microestructural. El equilibrio de las dislocaciones requiere cumplir la denominada *condición de existencia* [3], la cual suponiendo $\sigma_1^i \approx 0$ y $n_2^i \approx 1$, toma la forma

$$\frac{\pi}{2} \sigma_{\max} - \sigma_2^i \cos^{-1} n_1^i - \sigma_3^i \cos^{-1} n_2^i = 0 \quad (1)$$

donde $n_1^i = a/iD/2$ y $n_2^i = iD/2/(iD/2 + r_0^i) \approx 1$. El índice $i=1,3,5\dots$ marca la posición teórica de las sucesivas barreras.

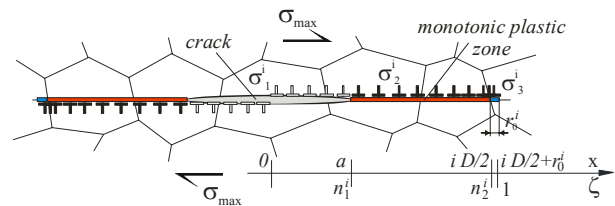


Figura 1. Esquema de la grieta, zona plástica monotónica y la barrera en la máxima tensión (Modo II).

Suponiendo una grieta creciendo en Modo I, el desplazamiento de apertura en el frente de la grieta en el máximo punto del ciclo se expresa como [3]

$$\phi_{\max}^i = \frac{8}{\pi^2 E'} \frac{K_{\max}^2}{\sigma_{\max}} \left\{ \left(\frac{\sigma_2^i}{\sigma_{\max}} \right) \ln \left(\frac{1}{n_1^i} \right) + \frac{\pi \sqrt{1 - (n_1^i)^2}}{n_1^i} \left[1 - \frac{2}{\pi} \left(\frac{\sigma_2^i}{\sigma_{\max}} \right) \cos^{-1} n_1^i \right] \right\} \quad (2)$$

donde $K_{\max} = \sigma_{\max} \sqrt{\pi a}$. En deformación plana $E' = E/(1 - \nu^2)$ y en tensión plana $E' = E$.

Al comenzar la descarga, comenzará a generarse una zona plástica cíclica (ZPC) en el frente de la grieta, dentro de la ZPM, extendiéndose tanto más cuanto mayor sea el decremento de la carga, i.e. $\Delta\sigma$ (véase figura 2). La ZPC comprende básicamente aquellas dislocaciones de la ZPM que han podido invertir su movimiento y tienden a retroceder hacia la grieta, así como por nuevas dislocaciones emitidas desde el frente de grieta, de sentido contrario a las originales (figura2).

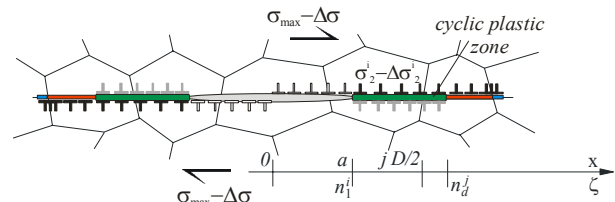


Figura 2. Representación esquemática de la grieta y zona plástica cíclica durante la descarga (Modo II).

Al igual que en el caso anterior, las barreras microestructurales actuarán bloqueando el avance de la ZPC. Se deben distinguir dos casos: (a) que la ZPC no esté bloqueada por una barrera (figura 2), o bien, (b)

que la ZPC haya alcanzado una barrera y se encuentre bloqueada por ella. En el primer caso, el tamaño de la ZPC, d , debe cumplir la expresión:

$$\frac{\pi}{2} \Delta \sigma - \Delta \sigma_2^i \cos^{-1} n_d = 0 \rightarrow n_d = \frac{a}{d} = \cos \left(\frac{\pi}{2} \frac{\Delta \sigma}{\Delta \sigma_2^i} \right) \quad (3)$$

donde $\Delta \sigma_2^i$ es el decremento que debe producirse en la tensión σ_2^i para invertir el flujo plástico. Suponiendo un endurecimiento local puramente cinemático $\Delta \sigma_2^i \approx 2 \sigma_2^i$. El segundo caso, en el que la ZPC se encuentra bloqueada en una barrera genérica j ($j \leq i$), es similar a la de máxima carga, y por tanto se deberá cumplir igualmente una *condición de existencia* pero expresada ahora en términos de incrementos:

$$\frac{\pi}{2} \Delta \sigma - \Delta \sigma_2^i \cos^{-1} n_d^j - \Delta \sigma_3^j \cos^{-1} n_{d2}^j = 0 \quad (4)$$

donde $n_d^j = a/(jD/2)$ y $n_{d2}^j = jD/2/(jD/2 + r_0^j) \approx 1$. El decremento de tensión $\Delta \sigma_3^j$ simula la presión que las dislocaciones de la ZPC ejercen sobre dicha barrera.

El rango del desplazamiento de apertura en el frente de la grieta es similar a la ecuación (2), sin más que sustituir valores máximos por rango y n_i^j por n_d .

$$\Delta \phi^i = \frac{8}{\pi^2 E'} \frac{\Delta K^2}{\Delta \sigma} \left\{ \left(\frac{\Delta \sigma_2^i}{\Delta \sigma} \right) \ln \left(\frac{1}{n_d} \right) + \frac{\pi \sqrt{1-(n_d)^2}}{n_d} \left[1 - \frac{2}{\pi} \left(\frac{\Delta \sigma_2^i}{\Delta \sigma} \right) \cos^{-1} n_d \right] \right\} \quad (5)$$

3.1 Evolución de la tensión σ_2^i .

La tensión σ_2^i cuantifica la resistencia a la fluencia, esto es, la oposición al movimiento de las dislocaciones en el material. Inicialmente, cuando la ZPM está embebida dentro del primer grano dicha tensión (σ_2^1) será del orden de la tensión de fluencia de un monocristal. A medida que la ZPM cubre cada vez un mayor número de granos, cada uno de ellos aleatoriamente orientados, la resistencia a la fluencia irá aumentando. En particular, cuando el número de granos abarcados sea suficientemente grande y las propiedades mecánicas medias en la ZPM sean parecidas a las del material policristalino, se tendrá que $\sigma_2^{i \rightarrow \infty} \approx \sigma_Y$, donde σ_Y es el límite de fluencia macroscópico del material.

Los trabajos de Chan and Lankford [4] proponen una ley de variación para σ_2^i lineal a trozos como la mostrada en la figura 3. En el presente trabajo se ha propuesto una variación más progresiva (figura 3)

$$\sigma_2^i = \sigma_Y \sqrt{i / \left(i^g + \left(\sigma_2^1 / \sigma_Y \right)^{2g} - 1 \right)^{\frac{1}{g}}} \quad (6)$$

donde i es el tamaño adimensional de la ZPM. Para el exponente g , que controla la rapidez en la transición entre σ_2^1 y σ_Y , se propone un valor 2.5. Finalmente, se ha supuesto un valor de 0.25 para el cociente σ_2^1 / σ_Y , el cual es apropiado para aleaciones de aluminio [4].

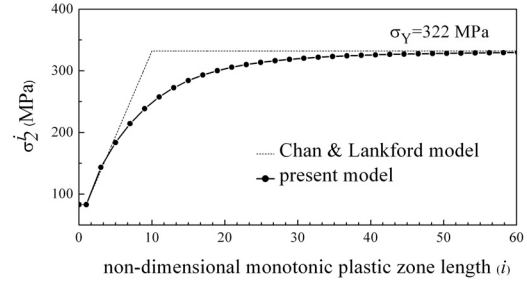


Figura 3. Tensión σ_2^i en función del tamaño de la ZPM.

4. CONDICIONES UMBRALES.

De acuerdo con las hipótesis de partida 1. y 5., una grieta por fatiga se parará cuando no haya ZPC en su frente. Esto es posible en dos situaciones: (a) que la zona plástica cíclica no pueda superar alguna de las barreras microestructurales a medida evoluciona dentro de la ZPM. En este caso la grieta crecerá hasta llegar a dicha barrera, agotando la ZPC y con ello su capacidad para seguir creciendo. Y (b) que la ZPM no pueda superar una determinada barrera microestructural. En efecto, aunque la ZPC pueda superar todas las barreras de la ZPM, si esta última está bloqueada, llegará un momento en que la grieta alcance dicha barrera, agotando la ZPC y deteniéndose. Estas dos situaciones permiten establecer dos condiciones umbrales de crecimiento por fatiga bien diferenciadas.

4.1 Evolución de la ZPM. Umbral máximo.

Como en modelos anteriores [3], se asume que la ZPM evoluciona a saltos, esto es, bloqueándose en las sucesivas barreras microestructurales. Este bloqueo origina que a medida que la grieta crece se produzca un continuo apilamiento de dislocaciones en dicha la barrera, lo que hace que σ_3^i aumente paulatinamente. Cuando dicha tensión alcanza un determinado valor crítico $\sigma_3^i|_c$ que posibilita la activación de fuentes de dislocaciones dentro del grano vecino, o bien que las dislocaciones de la zona plástica penetren a través de la barrera. Así, la ZPM se extenderá rápidamente a través del nuevo grano hasta bloquearse en la siguiente barrera. El valor de $\sigma_3^i|_c$, dependerá principalmente de las diferentes orientaciones cristalográficas entre granos/fases adyacentes a la barrera i y de la tensión crítica para activar deslizamiento plástico en el material.

En este contexto, el mínimo valor de tensión máxima necesario para superar la barrera microestructural i se obtendrá cuando el frente de grieta esté justo en el

borde de grano (*i.e.* $n_1^i = a/iD/2 \approx 1$) y σ_3^i alcance su valor crítico. A partir de (1), dicha tensión máxima umbral se expresa como

$$\sigma_{thi}^* = \sigma_3^i \Big|_C \cos^{-1} n_2^i \quad (7)$$

Sustituyendo (7) en (1) obtiene la longitud crítica de grieta adimensional ($n_1^i \Big|_C$) para superar una barrera genérica i , para una determinada tensión máxima

$$n_1^i \Big|_C = \cos \left(\frac{\pi}{2} \frac{\sigma_{\max} - \sigma_{thi}^*}{\sigma_2^i} \right) \quad (8)$$

La ecuación (8) se expresa también en función del FIT

$$n_1^i \Big|_C = \cos \left(\frac{\pi}{2} \frac{\sigma_{\max}}{\sigma_2^i} \left(1 - \frac{K_{thi}^*}{K_{\max}} \right) \right) \quad (9)$$

En la práctica la evolución de σ_{thi}^* o K_{thi}^* con la longitud de grieta se obtiene del conocido diagrama de Kitagawa del material. A falta de datos experimentales pueden emplearse expresiones semiempíricas como las discutidas por Vallengano *et al.* [5].

Como se desprende de (9) la condición de superación de una barrera por parte de la ZPM está controlada exclusivamente por el valor máximo de la tensión o del FIT. De acuerdo con lo expuesto, la condición umbral se obtiene cuando $n_1^i \Big|_C \approx 1$, lo que según (9) conduce a

$K_{\max} = K_{thi}^*$. En adelante se denominará a K_{thi}^* como *umbral máximo* (para una grieta bloqueada por una barrera genérica i).

4.2 Evolución de la ZPC. Umbral cíclico.

Como ya se ha comentado, la ZPC progresa dentro de la ZPM, donde los bordes de grano actúan también como barreras microestructurales a su progresión. La diferencia ahora es que se asume que la ZPC puede evolucionar de forma estable dentro de un grano, sin necesidad de que esté bloqueada por una barrera microestructural. En efecto, a diferencia que en el caso anterior, las dislocaciones de la ZPC encuentran no sólo la oposición del material sino la de las dislocaciones ya existentes en la ZPM, las cuales pueden ser capaces de retenerlas en equilibrio antes de alcanzar alguna barrera microestructural. En este caso, la extensión de la ZPC dependerá exclusivamente del decremento de tensión aplicado $\Delta\sigma$.

No obstante, a medida que la grieta crece y la ZPC avanzando con ella, se irán alcanzando las sucesivas barreras microestructurales dentro de la ZPM. Dado que ya existen fuentes de dislocaciones activas, en este caso, la resistencia al deslizamiento plástico de dichas barreras proviene principalmente de la desorientación cristalográfica entre granos/fases adyacentes. Una vez

superada una barrera, la ZPC se extiende súbitamente hasta ser contenida nuevamente, bien por las propias dislocaciones de la ZPM o bien por la siguiente barrera.

Siguiendo la metodología del caso anterior, el mínimo rango de tensión necesario para superar una barrera genérica j ($j \leq i$) se obtendrá cuando el frente de grieta esté justo en dicha barrera ($n_d = a/jD/2 \approx 1$) y el decremento de tensión $\Delta\sigma_3^j$ alcance un cierto valor crítico. Es posible obtener entonces una expresión, análoga a (9), que determina el instante de salto de una barrera genérica j por parte de la ZPC

$$n_d^j \Big|_C = \cos \left(\frac{\pi}{2} \frac{\Delta\sigma}{\Delta\sigma_2^j} \left(1 - \frac{\Delta K_{thj}^*}{\Delta K} \right) \right) \quad (10)$$

A la vista de (10), la condición mínima para que la ZPC supere una determinada barrera j ($j \leq i$) está controlada exclusivamente por el rango de la carga aplicada. El mínimo rango de carga necesario para superar dicha barrera se obtiene cuando $n_d^j \Big|_C \approx 1$, es decir, cuando

$$\Delta K = \Delta K_{thj}^*.$$

Para que una grieta pueda crecer más allá de una determinada barrera i , deberá ser capaz de superar todas y cada una las sucesivas barreras j . Así, la condición umbral para el crecimiento queda finalmente como $\Delta K = \Delta K_{thi}^* \equiv \max_{j \leq i} \{ \Delta K_{thj}^* \}$. En adelante nos referiremos

a ΔK_{thi}^* como *umbral cíclico* (para una grieta bloqueada por una barrera genérica i).

A tenor de lo anterior, para que una grieta pueda crecer por fatiga se deben superar separadamente el *umbral máximo* y el *umbral cíclico*. Esto delimita sendas regiones de propagación y de parada en el diagrama $\Delta K - K_{\max}$ mostrado en la figura 4. Este resultado conecta muy bien con los resultados obtenidos para grietas grandes (véase [6]) (figura 4). Dichas observaciones han sido explicadas por Vasudevan *et al.* [6], argumentando que existen dos condiciones umbrales de crecimiento independientes, una controlada por el FIT umbral de grieta grande en el máximo ($K_{th\infty}^*$), que es responsable de lo que los autores denominan “daño estático” en el material; y otra controlada por el rango del FIT umbral ($\Delta K_{th\infty}^*$), causante del denominado “daño cíclico”.

5. LEY DE CRECIMIENTO

En el presente trabajo se propone una ley de velocidad crecimiento que varía de forma potencial de la forma $da/dN = B_\sigma (\Delta\phi)^m$, donde B_σ y m son parámetros a determinar experimentalmente.

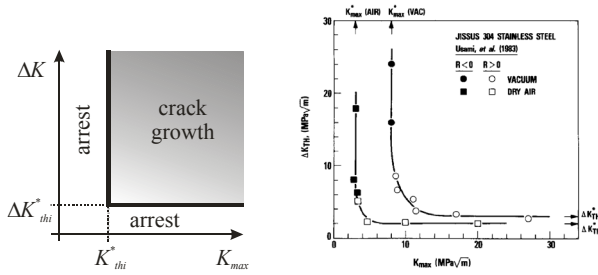


Figura 4. Diagrama $\Delta K - K_{\max}$ predicho para grietas cortas (*dcha.*) y experimental para grietas grandes (*izq.*).

En la figura 5 se muestra la evolución esquemática de la ley anterior para una grieta creciendo desde el régimen de grieta pequeña al de grieta grande bajo carga de amplitud constante. Como se puede comprobar, la velocidad de crecimiento exhibe el típico patrón de deceleraciones y aceleraciones característico de las grietas pequeñas. Las deceleraciones son consecuencia de los sucesivos bloqueos de la ZPC en las barreras del material, los cuales provocan una reducción en $\Delta\phi$ a medida que la grieta crece. Las aceleraciones por su parte son el resultado del súbito incremento en la extensión de la ZPC al superar dichas barreras. Éste se traduce igualmente en un súbito incremento de $\Delta\phi$. Se puede observar así mismo que a medida que la grieta se hace mayor, el patrón oscilante se va reduciendo, dando paso a una velocidad de crecimiento más uniforme propia del régimen de grietas grandes.

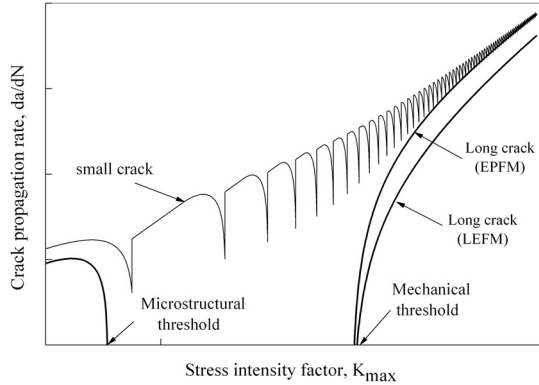


Figura 5. Ley de crecimiento para grietas pequeñas. Curvas clásicas de grietas grandes (EPFM y LEFM).

A partir del modelo planteado es directo obtener las expresiones clásicas de Mecánica de la Fractura para grietas grandes. En efecto, una grieta grande se caracteriza porque abarca un gran número de granos, presentando un comportamiento insensible a la microestructura (*semejanza microestructural*) y a las propiedades mecánicas locales (*semejanza mecánica*). En las expresiones del modelo esto se consigue haciendo i y j suficientemente grandes (típicamente $i, j \rightarrow \infty$). Esto conlleva que los valores de las longitudes de grieta adimensionales $n_1^i = a/iD/2$ y $n_d = a/d$ sean aproximadamente constantes y próximos a sus valores críticos de salto

$$\begin{aligned} n_1^\infty &\approx n_1^\infty|_C = \cos\left(\frac{\pi}{2} \frac{\sigma_{\max}}{\sigma_Y} \left(1 - \frac{K_{th\infty}^*}{K_{\max}}\right)\right) \\ n_d &\approx n_d^\infty|_C = \cos\left(\frac{\pi}{2} \frac{\Delta\sigma}{\Delta\sigma_Y} \left(1 - \frac{\Delta K_{th\infty}^*}{\Delta K}\right)\right) \end{aligned} \quad (11)$$

donde $K_{th\infty}^*$ y $\Delta K_{th\infty}^*$ son respectivamente los umbrales máximo y cíclico de grieta grande. Según se ha indicado anteriormente, se puede suponer $\Delta\sigma_Y \approx 2\sigma_Y$. La curva resultante se corresponde con la curva de crecimiento de grieta grande de la Mecánica de la Fractura Elasto-Plástica (véase figura 5). Asimismo, la curva de crecimiento de la Mecánica de la Fractura Elástica Lineal se obtiene imponiendo simplemente plasticidad a pequeña escala en el frente de la grieta, tanto en la ZPM como en la ZPC, esto es, $n_1^\infty \approx n_1^\infty|_C \sim 1$ y $n_d \approx n_d^\infty|_C \sim 1$. Dicha curva se muestra también en la figura 5.

Por último, cabe notar que, a medida que se reduce el FIT aplicado, ambas curvas de grieta grande se aproximan al correspondiente FIT umbral de grieta grande (figura 5). Este umbral ha sido denominado por algunos autores “Umbral Mécánico” [7]. De igual forma, en el rango de microgrieta se predice también otro umbral clásico, denominado “Umbral Microestructural” [7] (figura 5). Este umbral se corresponde con aquella situación en la que una microgrieta dentro de un grano no es capaz de superar ni siquiera la primera barrea microestructural, quedándose bloqueada en ella.

6. APLICACIÓN PRÁCTICA. DISCUSIÓN

Para validar el modelo propuesto se presenta a continuación su aplicación a los resultados de grietas pequeñas Akiniwa *et al.* [8] obtenidos con probetas lisas de Al2024-T3. El tamaño medio de grano en la dirección de crecimiento era de 27 μm . El valor máximo del límite de fatiga para $R = -1$ fue de 145 MPa y el límite de fluencia de 322 MPa. El FIT umbral en el máximo ($K_{th\infty}^*$) fue de 3.15 MPa $\text{m}^{1/2}$, y se asume, a falta de mejores resultados, un FIT umbral cíclico, $\Delta K_{th\infty}^*$, de igual valor. Los resultados analizados corresponden a ensayos de carga de amplitud constante con $R = -1$ y para dos niveles de tensión máxima, 150 y 230 MPa respectivamente.

La determinación de los parámetros del material de la ley de crecimiento se ha realizado a partir del ajuste del modelo a los datos de grieta grande. La figura 6 muestra el ajuste realizado, donde $B_0 = 32$ y $m = 1.59$. Para el régimen de grieta pequeña se ha mantenido el mismo exponente $m = 1.59$. En cambio, como es habitual cuando no existe plasticidad a pequeña escala, el parámetro B_σ se ha supuesto variable con la tensión aplicada. En particular, se ha comprobado que una

relación del tipo $B_{\sigma} = B_0 / \cos\left(\frac{\pi}{2} \frac{\sigma_{\max}}{\sigma_y}\right)$ permite obtener buenos resultados.

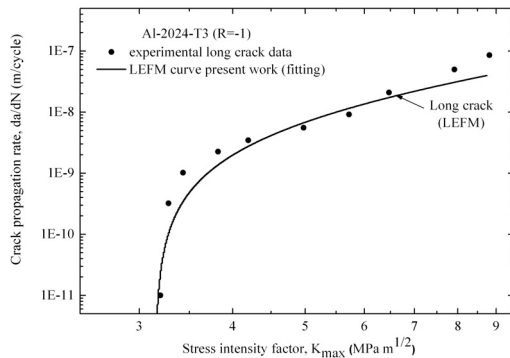


Figura 6. Ajuste del crecimiento de grieta grande.

Las figuras 7 y 8 comparan el modelo de crecimiento propuesto con la evolución experimental de las grietas pequeñas para ambos niveles de carga [8]. Así mismo, las predicciones de vida obtenidas y observadas se muestran en la tabla 1. Como se puede observar, tanto las estimaciones de vida como la evolución del crecimiento se ajustan notablemente a los resultados analizados.

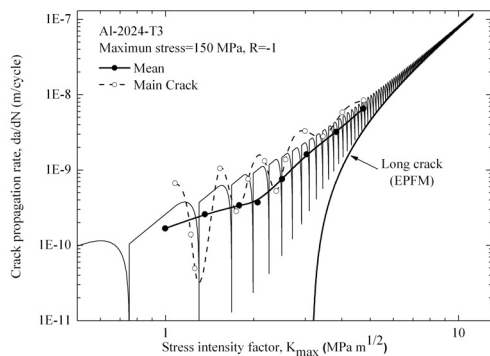


Figura 7. Ley de crecimiento para grietas pequeñas predicha y experimental ($\sigma_{\max} = 150 \text{ MPa}$).

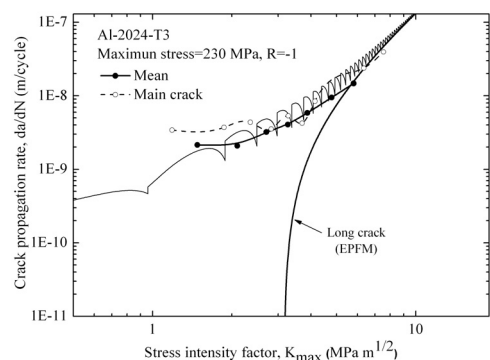


Figura 8. Ley de crecimiento para grietas pequeñas predicha y experimental ($\sigma_{\max} = 230 \text{ MPa}$).

7. CONCLUSIONES

El modelo propuesto realiza una descripción micromecánica del crecimiento de grietas pequeñas

acorde con la evidencia experimental. Este modelo permite explicar y diferenciar entre dos umbrales de crecimiento, uno controlado por los niveles máximos de carga aplicada (*Umbral máximo*) y otro gobernado por el rango de la carga aplicada (*Umbral cíclico*). Las predicciones cualitativas y cuantitativas obtenidas se encuentran en razonable acuerdo con la evidencia experimental.

Tabla 1. Predicciones de vida

Maximum Stress (MPa)	Lifetime cycles	
	Experimental (Akiniwa <i>et al.</i>)	Predicted ($a_f = 3 \text{ mm}$)*
150	750.000	747.171
230	100.000	88.338

* crack length at fracture

AGRADECIMIENTOS

Los autores desean agradecer al Ministerio de Educación y Ciencia la financiación de este trabajo a través del proyecto DPI2006-06921.

REFERENCIAS

- [1] Sadananda K., Vasudevan A.K., *Crack tip driving forces and crack growth representation under fatigue*, Int. J. of Fatigue, 26, pp. 39-47, 2004.
- [2] Shyam, A., Allison, J.E. *et al.*, *Small fatigue crack growth in metallic materials*, Acta Materialia, 55, pp. 6606-6616, 2007.
- [3] Navarro, A., Rios, E.R., *Fatigue crack growth modelling by successive blocking of dislocations*, Proc. R. Soc. Lond. A, 437, pp. 375-390, 1992.
- [4] Chan, K.S. and Lankford, J., *The role of microstructural dissimilitude in fatigue and fracture of small cracks*, Acta Metall., 36, pp. 193-206, 1988.
- [5] Vallellano, C., Navarro, A., Domínguez, J., *Fatigue crack growth threshold conditions at notches*, Fat. Fract. Engng. Mat. Struct., 23, pp. 113-121, 2000.
- [6] Vasudevan, A.K., Sadananda, K., Louat, N., *Review of crack closure, fatigue crack threshold and related phenomena*, Mat. Sci. Engng. A, 188, pp. 1-22, 1994.
- [7] Miller, K.J., *The three thresholds for fatigue crack propagation*, ASTM, 1296, pp. 267-286, 1997.
- [8] Akiniwa, Y., Tanaka, K., Matsui, E., *Statistical characteristics of propagation of small fatigue cracks in smooth specimens of 2024-T3*, Mat. Sci. Engng. A104, pp. 105-115 1988.

UTILIZACIÓN DE LA INTERFEROMETRÍA SPECKLE EN LA DETECCIÓN PRECOZ DE FALLOS POR FATIGA EN ACEROS DE ALTA RESISTENCIA

R. Rodríguez-Martín¹, I. Castro¹, I. Ocaña¹, J.M. Martínez-Esnaola¹

¹ Departamento de Materiales, CEIT y Tecnun (Universidad de Navarra),
Paseo de Manuel Lardizábal, 15,
20018 San Sebastián. España
E-mail: rarodriguez@ceit.es

RESUMEN

Se ha estudiado el comportamiento a fatiga de aceros de alta resistencia de última generación (σ_{UTS} = 950-1000 MPa). Específicamente, el estudio se ha centrado en la etapa de iniciación de las microgrietas de fatiga. Con este objetivo, se han realizado ensayos de fatiga uniaxial de alto número de ciclos. Durante estos ensayos se ha seguido la historia de deformación de la probeta usando interferometría speckle. Esta técnica permite monitorizar la evolución de los campos de desplazamientos de la superficie de la probeta y, en consecuencia, puede ser utilizada como herramienta de detección de grietas en los primeros estadios. La consecuente observación mediante microscopía electrónica de barrido de la superficie de fractura de las probetas ensayadas proporciona información complementaria sobre la ubicación de la iniciación del fallo y permite establecer una correlación de las observaciones realizadas mediante interferometría con las localizaciones reales de los inicios de fatiga y con la evolución de la grieta durante su propagación. Los resultados muestran que la interferometría Speckle es una técnica prometedora para la detección precoz de fallos a fatiga, tanto en probeta como en estructura real.

ABSTRACT

The fatigue behaviour of next generation high strength steels (σ_{UTS} = 950-1000 MPa) has been studied. Specifically, this study is focused on the initiation stage of fatigue microcracks. With this purpose, high cycle fatigue tests under uniaxial loading have been performed. During these tests, the deformation history of the specimen has been tracked by means of speckle interferometry. This technique allows monitoring the evolution of the displacement field of the specimen surface, so that it can be used as a tool for detecting microcracks in the first stages. The subsequent observation of the fracture surfaces of the tested specimens by scanning electron microscopy provides complementary information about the localization of the initiation of failure, allowing establishing a correlation between the observations made by interferometry and the actual location of the fatigue nucleus and the evolution of the crack during its propagation. The results show that the speckle interferometry is a promising technique for the early detection of fatigue failures in both, specimens and real structures.

PALABRAS CLAVE: Acero C70E, Acero 25CrMo4E, Fatiga, Interferometría Speckle.

1. INTRODUCCIÓN

La fractura por fatiga es en la actualidad una de las principales causas de fallo en servicio de estructuras y componentes fabricados en aceros de alta resistencia [1]. Especialmente relevante es la primera etapa del proceso de fatiga, que implica la formación de la microgrieta y su crecimiento lento, puesto que consume prácticamente la totalidad de la vida a fatiga de la pieza.

La formación de microgrietas de fatiga en metales dúctiles se asocia frecuentemente a su superficie libre [2, 3]. En este trabajo se presenta la puesta a punto de un dispositivo de interferometría speckle como método de localización prematura de la zona exacta de iniciación de la microgrieta.

La interferometría speckle es una herramienta dentro de la metrología óptica que permite obtener medidas de

desplazamientos y deformaciones en la superficie de un objeto con elevada precisión [4, 5]. Esta técnica, comparada con los métodos convencionales, posibilita la medición de los desplazamientos en varios puntos simultáneamente sin que exista contacto directo con el objeto.

Sobre el objeto se hace incidir una fuente de luz de elevada coherencia (láser). La interferencia entre el haz que contiene información de la superficie del objeto y un haz de referencia origina un patrón de speckle que se resuelve en una cámara de televisión. Por sustracción de los patrones de speckle correspondientes a dos estadios diferentes del objeto (p. ej. sin y bajo la acción de una determinada carga) se obtienen las franjas de correlación. La interpretación cuantitativa de dichas franjas permite evaluar el cambio producido en el campo de desplazamientos de la superficie del objeto entre los estadios inicial y final [5, 6]. Dicho cambio se

asocia en este estudio a la aparición del daño y la consecuente iniciación de la microgrieta que desencadena el fallo del objeto por fatiga.

2. DESCRIPCIÓN DE LA TÉCNICA DE INTERFEROMETRÍA SPECKLE

La Figura 1 muestra el sistema típico empleado en la realización de medidas de interferometría speckle. El haz del láser se divide en un haz de referencia y un haz objeto por medio de un divisor de haz que permite controlar la relación referencia – objeto. La imagen procedente del objeto tras la actuación del haz objeto y el haz de referencia se recoge en una cámara CCD. Dicha cámara captura un patrón de speckle, consecuencia de la interferencia de los frentes de onda provenientes de ambos haces.

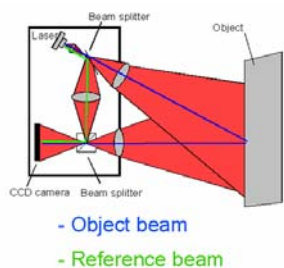


Figura 1. Sistema utilizado en la interferometría speckle.

Cuando se deforma el objeto el frente de onda que emana de él se altera ligeramente, mientras que el frente de onda procedente del haz de referencia permanece intacto (Figura 2). De este modo, se registra un nuevo patrón de speckle en la cámara CCD. La resta de los patrones de speckle registrados antes y después de la deformación proporciona las denominadas franjas de correlación, según se ilustra en la Figura 3. La sustracción se realiza en un ordenador y por este motivo, la técnica se conoce como interferometría electrónica de patrones de speckle (Electronic Speckle Pattern Interferometry, ESPI).

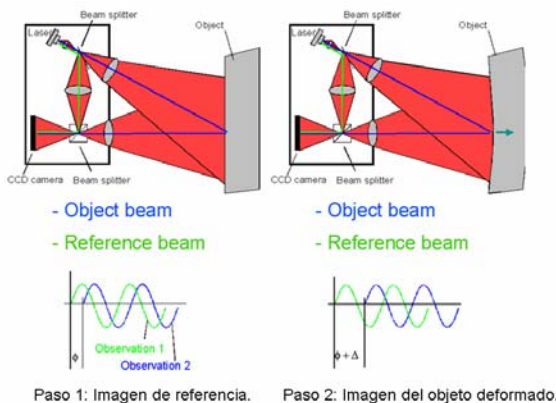


Figura 2. Salto de fase producido entre los haces objeto y referencia como consecuencia de la deformación introducida en el objeto.

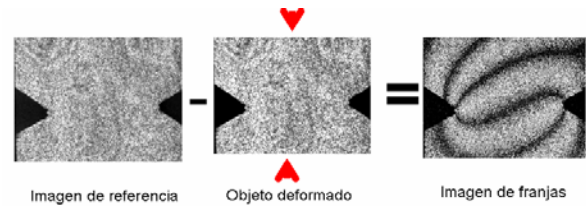


Figura 3. Franjas de correlación obtenidas como resultado de la sustracción de los patrones de speckle correspondientes a dos estadios diferentes del objeto.

Mediante el uso de complejos algoritmos computacionales, las franjas de correlación derivan en los mapas de fase, a partir de los cuales es posible medir el campo de desplazamientos con elevada precisión [5, 7]. En la Figura 4 se esquematiza el procedimiento.

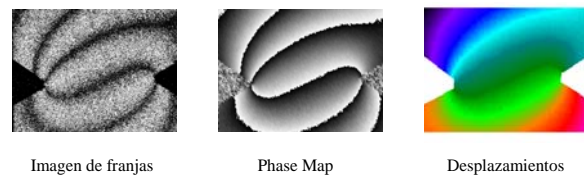


Figura 4. Evolución de las franjas de correlación en el proceso de obtención del campo de desplazamientos.

3. PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL

3.1 Materiales

Se han utilizado dos aceros de alta resistencia con aplicación en el sector de automoción. Concretamente, se han analizado las calidades C70E (acero ferrito-perlítico) y 25CrMo4E (acero martensítico, obtenido mediante temple y revenido), que se emplean en la fabricación de bielas y cigüeñales.

En la Tabla 1 se presenta la composición química de ambos aceros. En la Tabla 2 se resumen sus propiedades mecánicas principales.

Tabla 1. Composición química de los aceros estudiados.

% peso	C70E	25CrMo4E
C	0.70	0.26
Si	0.27	0.34
Mn	1.00	0.82
P	0.013	0.017
S	0.018	0.027
Cr	0.19	1.06
Mo	0.045	0.22
Ni	0.13	0.16
Al	0.010	0.023
Cu	0.15	0.20
Ti	0.003	0.005

Tabla 2. Propiedades mecánicas de los aceros C70E y 25CrMo4E.

	C70E	25CrMo4E
σ_{UTS} (MPa)	990	943
σ_Y (MPa)	570	840
Elongación (%)	10.2	16
Reducción en área (%)	19	62.8

3.2 Ensayos de fatiga uniaxial de alto número de ciclos con interferometría speckle

Los ensayos de fatiga uniaxial se han realizado en una máquina de ensayos dinámicos *RUMUL* modelo *MIKROTON*. La geometría de las probetas utilizadas se muestra en la Figura 5.

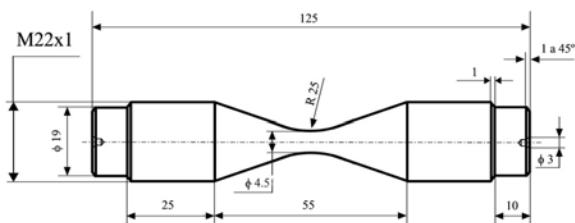


Figura 5. Probeta utilizada en los ensayos de fatiga. Geometría tipo reloj de arena.

Los ensayos se han llevado a cabo siguiendo la norma ASTM E466 [8]. En todos ellos se ha impuesto una relación simétrica de cargas ($R = -1$). La frecuencia media obtenida ha sido de 152 Hz.

Para las medidas de interferometría speckle se ha utilizado un equipo Q-300 de la casa comercial DANTEC DYNAMICS [9]. Dicho equipo se ha situado próximo a la máquina de fatiga en un soporte rígido para evitar vibraciones. El montaje experimental se muestra en la Figura 6. Según se percibe en la figura, la probeta se ha recubierto con una fina capa de polvo con el objetivo de mejorar su emisividad.

El procedimiento seguido en la obtención del campo de desplazamientos con interferometría speckle es el siguiente:

- 1- Se elige la zona de interés, en la cual el software evaluará el campo de desplazamientos. En este caso el cuello de la probeta (Figura 7), puesto que en él se alcanzan las tensiones máximas.
- 2- Se inicia el ensayo, que se detiene tras un número determinado de ciclos. Se descarga la probeta y se toma la imagen de referencia. Seguidamente, la probeta se carga hasta la tensión máxima alcanzada

durante el ensayo y se registra la imagen. Mediante la sustracción de ambas imágenes el software proporciona el campo de desplazamientos en la zona de interés.

- 3- Se repite el paso 2 cada cierto número de ciclos. La última medida (instante previo a la rotura de la probeta) se toma tras detener el ensayo cuando se produce una caída en el valor de la frecuencia de 0.2 Hz. En todos los ensayos realizados en este estudio se ha comprobado que una vez que la frecuencia disminuye 0.2 Hz la vida a fatiga de las probetas es de tan solo unos pocos ciclos más.

Cuando se procede a través de los pasos 1 a 3 el software registra la evolución del campo de desplazamientos durante el ensayo de fatiga. Mediante el análisis de los resultados se ha podido detectar el punto de inicio del fallo, según se relata en el siguiente apartado.

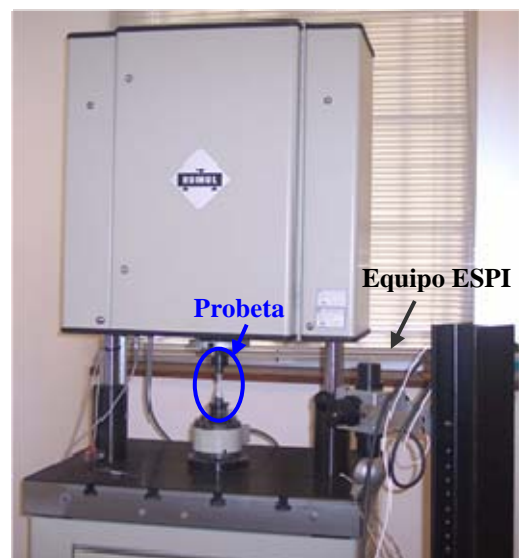


Figura 6. Montaje experimental para las medidas de interferometría speckle.

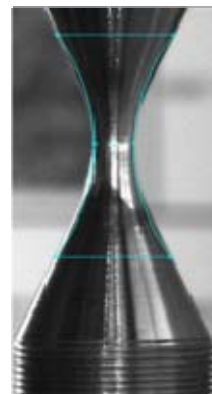


Figura 7. Área de interés en las medidas de interferometría speckle.

4. RESULTADOS Y DISCUSIÓN

La Tabla 3 resume los valores de los parámetros relacionados con los ensayos de fatiga uniaxial.

Tabla 3. Resultados de los ensayos de fatiga uniaxial bajo amplitud constante con $R = -1$.

	Probet a	Diámetro (mm)	σ_{\max} (MPa)	Ciclos a rotura
C70E	1	4.455	440	529300
	2	4.450	440	169700
25CrMo4E	1	4.455	480	300500
	2	4.470	480	253200
	3	4.420	480	324300
	4	4.395	480	480900

En la Figura 8 se muestra un ejemplo de las franjas de correlación obtenidas, que reflejan la deformación producida en la superficie del objeto entre los estadios inicial (probeta descargada) y final (probeta cargada hasta la tensión máxima del ensayo) para un determinado número de ciclos.

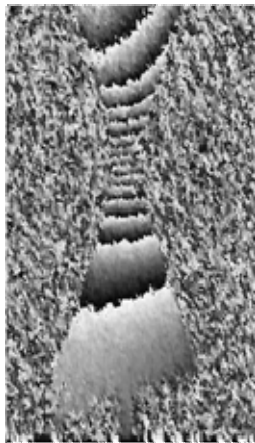


Figura 8. Franjas de correlación obtenidas en una probeta del acero C70E.

Como se ha mencionado con anterioridad, a partir de las franjas de correlación es posible calcular el campo de desplazamientos en la zona de interés. En la Figura 9 se ilustran los resultados obtenidos en una probeta del acero C70E rota a 169700 ciclos. Antes de comenzar el ensayo ($N = 0$), la distribución de desplazamientos es simétrica. Además, y aunque no se presenta por falta de espacio, se ha comprobado que la consiguiente deformación coincide con el valor de deformación elástica correspondiente al nivel de carga impuesto sobre la probeta. A medida que va aumentando el número de ciclos se observa que el campo de desplazamientos se altera. Así, cuando prácticamente se alcanza la vida a fatiga de la probeta ($N = 167000$) se produce una clara discontinuidad local en la región central. Concretamente, en la zona señalada con una flecha negra, los desplazamientos son positivos y, sin embargo, deberían ser negativos, puesto que se

encuentran por debajo del centro de la probeta. Esta circunstancia indica la presencia de una grieta incipiente en esa área, lo que explica, además, el hecho de que la probeta se encuentre descargada en la parte derecha de su zona central (valor de los desplazamientos cercano a 0).

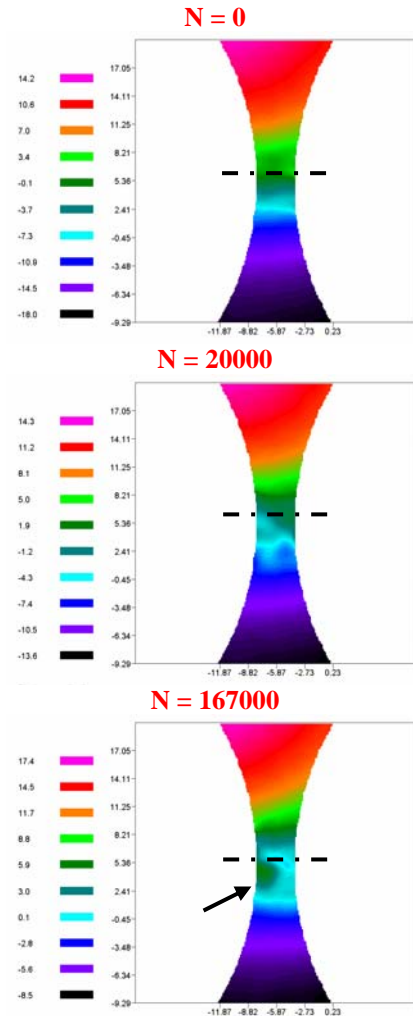


Figura 9. Evolución del campo de desplazamientos en dirección vertical durante un ensayo de fatiga uniaxial en una probeta del acero C70E.

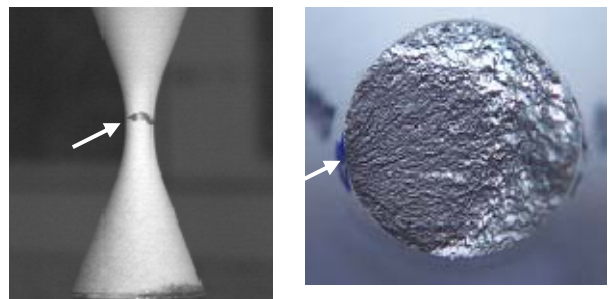


Figura 10. Probeta del acero C70E rota y consecuente superficie de fractura. Las flechas indican la localización del núcleo de fatiga.

La observación fractográfica de la probeta rota (Figura 10) sustenta los resultados obtenidos mediante interferometría speckle. El inicio del fallo por fatiga se ha localizado, precisamente, en la parte izquierda de la región central de la probeta.

La Figura 11 muestra los resultados obtenidos con interferometría speckle durante la realización de un ensayo de fatiga uniaxial sobre una probeta del acero 25CrMo4E.

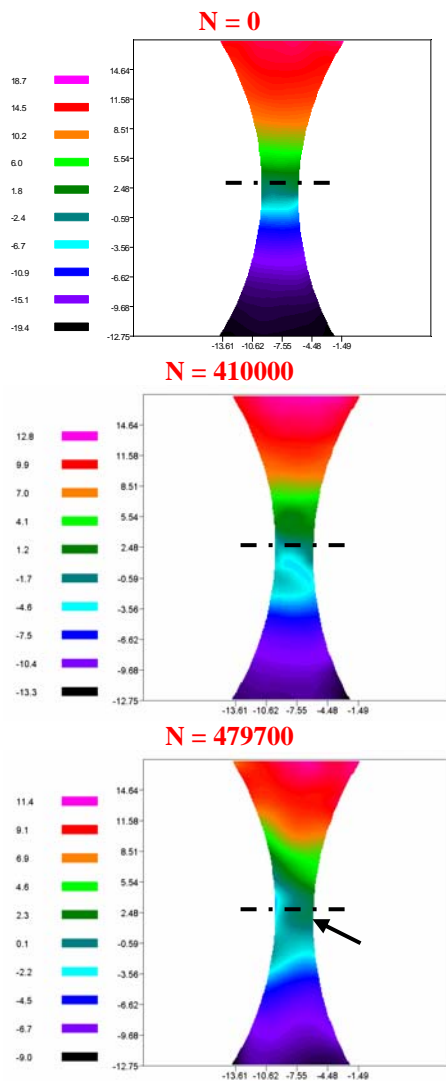


Figura 11. Evolución del campo de desplazamientos en dirección vertical durante un ensayo de fatiga uniaxial en una probeta del acero 25CrMo4E.

En esta probeta, que ha resistido un mayor número de ciclos ($N = 480900$), se comprueba el mismo fenómeno y nuevamente, a medida que avanza el ensayo se desarrolla una irregularidad en el campo de desplazamientos de la región central. Así, la zona señalada con la flecha negra alcanza mayores valores de desplazamiento, particularidad que, unida al hecho de que en dicha zona los puntos situados por debajo de la

región central adquieren un valor positivo de desplazamiento, indica que la grieta se inicia en algún punto del entorno. La Figura 12 muestra el análisis fractográfico de la probeta rota. El núcleo de fatiga se encuentra en la parte derecha de la probeta, tal y como se deduce de la interpretación de los resultados de interferometría speckle.

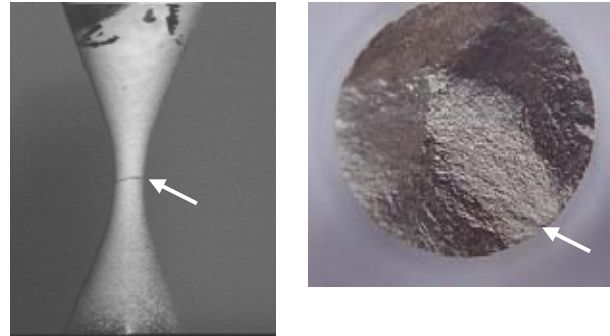


Figura 12. Probeta rota del acero 25CrMo4E y consecuente superficie de fractura. Las flechas indican la localización del núcleo de fatiga.

En la Figura 13 se presenta un último ejemplo de la aplicación de la interferometría speckle en la detección prematura de microgrietas de fatiga. En este caso se analiza una probeta del acero 25CrMo4E rota tras la acción de 324300 ciclos.

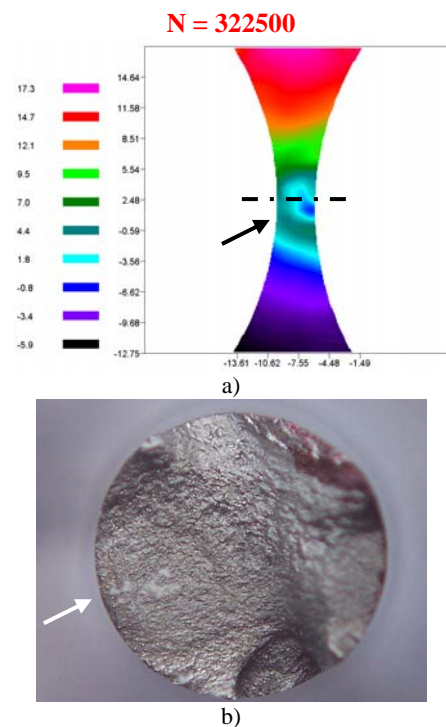


Figura 13. a) Campo de desplazamientos previo a rotura en una probeta del acero 25CrMo4E. b) Localización del núcleo de fatiga sobre la superficie de fractura.

Siguiendo el mismo argumento que en los dos ejemplos anteriores, el campo de desplazamientos señala la presencia de una grieta naciente en el lugar indicado por la flecha negra, que coincide de nuevo con las observaciones fractográficas (flecha blanca en la Figura 13b).

5. CONCLUSIONES

La técnica de interferometría speckle permite visualizar, en tiempo real, la evolución del campo de desplazamientos sobre la superficie de una probeta durante la realización de un ensayo de fatiga. A partir de estos datos, se ha conseguido seguir la etapa de formación de la microgrieta de fatiga y determinar su localización exacta. En consecuencia, en este trabajo se presenta la interferometría speckle como una técnica prometedora para la detección prematura de los fallos por fatiga.

AGRADECIMIENTOS

El contenido de este artículo es consecuencia de un proyecto de investigación subvencionado por C.E.C.A. (RFSR-CT-2005-00034) en cooperación con CSM, e Iveco (Italia), Ascometal (Francia) y Sidenor (España). Así mismo, uno de los autores (R.R.M.) desea expresar su agradecimiento al programa Torres Quevedo del Ministerio de Educación y Ciencia y cofinanciado por el Fondo Social Europeo por la ayuda económica que le ha sido concedida.

REFERENCIAS

- [1] Schijve, J., "Fatigue of structures and materials in the 20th century and the state of the art", *International Journal of Fatigue*, vol. 25, nº 8, 2003, p. 679.
- [2] Buch, A., "Fatigue Strength Calculation ", Trans Tech Publications, Switzerland, 1988, 467 pages, ISBN: 0-87849-537-1.
- [3] Frost, N.E. *et al.*, "Metal Fatigue", Dover Publications, Mineola, New York, 1999, 499 pages, ISBN: 0-486-40927-9.
- [4] Arizaga, R. *et al.*, "Simultaneous multiple-viewpoint processing in digital speckle pattern interferometry", *Applied Optics*, vol. 33, nº 20, 1994, p. 4369.
- [5] Jones, R. and Wykes, C., "Holographic and Speckle Interferometry: A Discussion of the Theory, Practice and Application of the Techniques", Cambridge University Press, London, 1989, 353 pages, ISBN: 0-521-34417-4.
- [6] Dainty, J.C., "Laser Speckle and Related Phenomena", Springer-Verlag, Berlin, 1975, 286 pages, ISBN: 3-540-07498-8.
- [7] Yang, L.X. *et al.*, "Precision measurement and nondestructive testing by means of digital phase

shifting speckle pattern and speckle pattern shearing interferometry", *Measurement*, vol. 16, nº 3, 1995, p. 149.

- [8] "Standard Practice for Conducting Force Controlled Constant Amplitude Axial Fatigue Tests of Metallic Materials". *ASTM E466*.
- [9] <http://www.dantec.co.uk/>. [Consulta: 1 de febrero de 2008].

MODELOS DE PLANO CRITICO EN FATIGA BIAxIAL: PREDICCION DE LA ORIENTACION DE LA GRIETA

B. Moreno¹, J. Zapatero¹, A. Rodríguez

¹ Area de Ciencia de Materiales e Ingeniería Metalúrgica
E.T.S. de Ingenieros Industriales
Plaza del Ejido, s/n
29014 Málaga. España
E-mail: bmoreno@uma.es, jzapatero@uma.es

RESUMEN

Actualmente existen numerosos modelos que abordan el problema de fatiga multiaxial. Dentro de ellos los modelos de plano crítico intentan predecir no sólo la vida a fatiga, sino también la orientación de la grieta o el plano de fallo. En este trabajo se estudia el problema biaxial tracción-compresión y torsión combinados, basado en el análisis deformación-vida. Se realizan predicciones de vida y cálculo de los planos críticos aplicando los modelos multiaxiales propuestos por Brown-Miller, Fatemi-Socie y Smith-Watson-Topper. Los resultados numéricos son comparados con datos experimentales de ensayos a amplitud constante, en fase y con desfase (90°), para el acero estructural de bajo contenido en carbono St52-3N. Tras el análisis de resultados se concluye que en el modelo de Smith-Watson-Topper la predicción del plano de fallo no coincide con los planos de fallo reales. En los modelos de Brown-Miller y Fatemi-Socie aunque la predicción del plano crítico de rotura no coincide en muchos casos con la real, considerando el segundo plano que experimenta el rango máximo de deformación angular, dichas predicciones mejoran sustancialmente. Así mismo la consideración del factor de daño correspondiente a este segundo plano hace que mejoren igualmente las predicciones de vida.

ABSTRACT

Nowadays there are numerous models to approach the multiaxial fatigue problem. Among these, the critical plane models try to predict not only the fatigue life, but also the orientation of the crack or failure plane. This work attempt to analyze the biaxial tension-torsion problem from a strain-based analysis focused on plane failure predictions. Fatigue life and critical plane predictions are carried out applying multiaxial models proposed by Brown-Miller, Fatemi-Socie y Smith-Watson-Topper. The numerical results are compared with constant amplitude test data, in phase and out-of-phase (90°), for ST52-3N structural steel. After analysing the results we have reached the conclusion that the SWT model predictions of the fracture plane does not match the real fracture plane. The critical fracture plane predictions of the BM and FS models do not match in the majority with the real results either, but considering the second plane of the maximum shear strain amplitude, the predictions of the fracture plane and fatigue life improve substantially.

PALABRAS CLAVE: Fatiga multiaxial, modelos de plano critico, acero estructural

1. INTRODUCCIÓN

Durante años los esfuerzos en investigación para atajar el problema de fatiga se han enfocado al estudio del problema uniaxial, y fruto de estos trabajos ha sido un buen conocimiento de la influencia de muchos factores en el proceso de fatiga, así como la propuesta de numerosos modelos de cálculo cuyos resultados se aproximan a la realidad. En los últimos años dicho esfuerzo se ha dirigido al estudio del problema multiaxial, apoyándose en la necesidad de tener un mejor conocimiento de este fenómeno, dado que la gran mayoría de los órganos mecánicos están sometidos durante su funcionamiento en servicio a estados de cargas complejos. Fruto de dichos esfuerzos son los múltiples criterios o modelos de daño desarrollados, entre ellos algunos basados en análisis de tensiones, en

análisis de deformaciones, en criterios energéticos y los denominados modelos de plano crítico [1,2,3].

Los modelos de plano crítico han sido desarrollados a partir de observaciones experimentales de las que se concluye que las grietas se nuclean y crecen en determinados planos específicos, también llamados planos críticos. Así, los modelos de plano crítico tratan de relacionar la vida del elemento con las tensiones y/o deformaciones en esos planos, a través de la determinación de un parámetro equivalente de daño. De este modo, no sólo intentan predecir la vida a fatiga de un determinado elemento, sino también la orientación de la grieta o plano de fractura dominante. Cada modelo define tanto su propio plano crítico en función de determinadas sollicitaciones, como su propio parámetro de daño. En este trabajo la atención se centra

en estudiar la capacidad de predicción de la orientación de la grieta en los modelos propuestos por Brown-Miller, Fatemi-Socie y Smith-Watson-Topper. Las predicciones de dichos modelos se comparan con los resultados experimentales de ensayos de fatiga biaxial, tracción-compresión y torsión, con deformaciones axiales y angulares de amplitud constante, en fase y con desfase (90°), para el acero estructural de bajo contenido en carbono St52-3N. Además, la aplicación de los modelos requiere del conocimiento de los parámetros de comportamiento cíclico tanto axial como torsional. Dichos parámetros han sido obtenidos a partir de ensayos monoaxiales en tracción y torsión.

2. MATERIAL DE ENSAYO

El material de ensayo es el acero estructural St52-3N, de composición química: 0.17% C, 1.235% MN, 0.225% Si, 0.010% P, 0.0006% S, 0.032% Al, 0.072% Cr, 0.058% Ni y 0.016% Mo, cuyas propiedades monotónicas se indican en la tabla 1.

Tabla 1. Propiedades monotónicas del acero St52-3N

Tensión de fluencia	386.0 MPa
Resistencia última	639.5 Mpa
Tensión de rotura	536.3 MPa
Módulo elástico, E	206.0 GPa
Módulo de cortadura, G	77.7 GPa

Para la caracterización de las propiedades cíclicas monoaxiales en tracción se dispone de los resultados de ensayos con control de deformación (ϵ -N) llevados a cabo sobre probetas planas del acero St 52-3N mecanizadas a partir de chapa.

Las propiedades cíclicas obtenidas en base a dichos datos se indican en la tabla 2.

Tabla 2. Propiedades cíclicas uniaxiales del acero St52-3N

Coefficiente de resistencia, K'	630.6 MPa
Exponente de endurecimiento, n'	0.10850
Resistencia de fluencia cíclica, σ'_y	321.3 MPa
Coefficiente de resistencia, σ'_f	564.4 MPa
Exponente de resistencia, b	-0.0576
Coefficiente de ductilidad, ϵ'_f	0.1554
Exponente de ductilidad, c	-0.4658

Para la caracterización del comportamiento cíclico a torsión los ensayos con control de deformación (ϵ -N) se llevaron a cabo en probetas tubulares, mecanizadas a partir de barra maciza y pulidas previamente al ensayo, el hueco interior se mecanizó mediante mandrinado [4].

Las propiedades cíclicas torsionales se indican en la tabla 3.

Tabla 3. Propiedades cíclicas torsionales del acero St52-3N

Coefficiente de resistencia, K'	593.8 MPa
Exponente de endurecimiento, n'	0.1553
Resistencia de fluencia cíclica, σ'_y	594.2 MPa
Coefficiente de resistencia, σ'_f	486.9 MPa
Exponente de resistencia, b	-0.0668
Coefficiente de ductilidad, ϵ'_f	0.0662
Exponente de ductilidad, c	-0.3191

3. RESULTADOS EXPERIMENTALES DE FATIGA BIAxIAL

Los resultados experimentales que permitirán estudiar la bondad de los modelos analíticos corresponden a ensayos de fatiga biaxial tracción-torsión [5] llevados a cabo en probetas tubulares idénticas a las empleadas en el caso de los ensayos a torsión simple. Se realizaron ensayos con historias de deformación tanto para el caso proporcional, deformaciones cíclicas senoidales de media nula ($R=-1$) con ángulo de desfase 0° , como no proporcionales, en este caso con un ángulo de desfase 90° . En las tablas 4 y 5 figuran para cada ensayo los valores de deformación axial (ϵ_a) y deformación angular (γ_a) impuestos, las tensiones axiales (σ_a) y angulares (τ_a) y el número de ciclos hasta el fallo. Los distintos niveles de amplitud de deformaciones fueron elegidos para la obtención de vidas entre 10^5 y 10^6 ciclos. Los valores σ_a y τ_a son calculados a partir de las dimensiones de cada probeta y la carga axial y par medidos en el ensayo tomando el valor estabilizado en la mitad de la vida. El criterio de fallo en los ensayos a inicio de grieta fue de una caída en la amplitud de carga y par del 20%.

Tabla 4. Resultados de los ensayos de fatiga biaxial para historias de deformación en fase.

Probeta	ϵ_a	γ_a	σ_a MPa	τ_a MPa	N_f
BF1-1-2	0.0015	0.0032	198	156	36147
BF1-2-1	0.0015	0.0028	238	151	141938
BF1-2-2	0.0015	0.0028	234	151	103138
BF1-3-2	0.0015	0.0026	238	148	162119
BF2-1-1	0.0011	0.0032	177	176	179628
BF2-1-2	0.0011	0.0032	180	185	72011
BF2-2-1	0.0011	0.0028	183	165	179446
BF2-2-2	0.0011	0.0028	178	163	268051
BF2-3-2	0.0011	0.0026	185	154	662706
BF3-1-1	0.0009	0.0032	146	184	248009
BF3-1-2	0.0009	0.0032	143	183	188219
BF3-2-1	0.0009	0.0028	151	172	624521
BF3-3-2	0.0009	0.0026	152	162	870886

Tabla 5. Resultados de los ensayos de fatiga biaxial para historias de deformación con desfase 90°.

Probeta	ε_a	γ_a	σ_a MPa	τ_a MPa	N_f
BD1-1-1	0.0015	0.0032	305	213	19078
BD1-1-2	0.0015	0.0032	291	200	9838
BD1-3-1	0.0015	0.0026	298	192	46196
BD1-3-2	0.0015	0.0026	298	193	47996
BD2-2-1	0.0011	0.0028	229	196	44319
BD2-2-2	0.0011	0.0028	229	193	44800
BD2-3-1	0.0011	0.0026	226	182	249996
BD3-1-1	0.0009	0.0032	195	204	38376
BD3-1-2	0.0009	0.0032	189	203	65674
BD3-2-1	0.0009	0.0028	190	192	158248
BD3-3-1	0.0009	0.0026	189	182	248540

4. MODELOS DE PLANO CRÍTICO

4.1. Modelo de Brown y Miller (BM)

Según su modelo, el plano crítico corresponde a aquel que experimenta la máxima amplitud de deformaciones angulares y proponen que tanto la deformación angular como la deformación normal en dicho plano deben ser consideradas en el parámetro de daño. El fundamento físico es según los autores que las deformaciones angulares cíclicas provocan la nucleación de la grieta, mientras que las deformaciones normales contribuyen a su crecimiento. La relación parámetro de daño vida propuesta es:

$$\frac{\Delta\gamma_{m\acute{a}x}}{2} + S\Delta\varepsilon_n = [(1+\nu_e) + S(1-\nu_e)] \frac{\sigma'_f}{E} (2N_f)^b + [(1+\nu_p) + S(1-\nu_p)] \varepsilon'_f (2N_f)^c \quad (1)$$

Donde $\Delta\gamma_{m\acute{a}x}/2$ es la máxima amplitud de deformación angular y $\Delta\varepsilon_n$ es el rango de deformación normal que actúa sobre el plano que experimenta $\Delta\gamma_{m\acute{a}x}/2$. S es un parámetro que representa la influencia de la deformación normal sobre el crecimiento de la grieta y aunque varía con N_f puede adoptarse como valor constante el promedio obtenido según la ecuación 2:

$$S = \frac{\frac{\tau'_f}{G} (2N_f)^{b\gamma} + \gamma'_f (2N_f)^{c\gamma} - (1+\nu_e) \frac{\sigma'_f}{E} (2N_f)^b - (1+\nu_p) \varepsilon'_f (2N_f)^c}{(1-\nu_e) \frac{\sigma'_f}{E} (2N_f)^b + (1-\nu_p) \varepsilon'_f (2N_f)^c} \quad (2)$$

4.2. Modelo de Fatemi y Socie (FS)

Fatemi y Socie construyen su modelo sobre los trabajos de Brown y Miller, y así sugieren que la deformación normal, considerada por estos últimos como factor contribuyente al crecimiento de la grieta, pudiera ser sustituida por la tensión normal en el plano crítico. El fundamento físico es que las grietas tienen una forma normalmente irregular, ya que crecen de manera transgranular a través del material. Esto origina la

aparición de fuerzas de fricción entre las superficies de la grieta durante los ciclos de deformación angular aplicada. Por tanto, la fuerza conductora del crecimiento de la grieta se ve reducida y la vida a fatiga incrementada. Sin embargo, una tensión perpendicular a las superficies de la grieta tiende a separar éstas, y reduce las fuerzas de fricción. Así, una tensión normal al plano de la grieta aumenta la fuerza conductora del crecimiento de ésta y reduce la vida a fatiga.

La relación parámetro de daño vida propuesta es:

$$\frac{\Delta\gamma_{m\acute{a}x}}{2} \left(1 + k \frac{\sigma_{n,m\acute{a}x}}{\sigma'_y} \right) = \frac{\tau'_f}{G} (2N_f)^{b\gamma} + \gamma'_f (2N_f)^{c\gamma} \quad (3)$$

Donde $\Delta\gamma_{m\acute{a}x}/2$ es la máxima amplitud de deformación angular y $\sigma_{n,m\acute{a}x}$ es la máxima tensión normal que actúa sobre el plano que experimenta $\Delta\gamma_{m\acute{a}x}/2$. K es el factor que representa la influencia de la tensión normal, adimensionalizada con σ'_y , sobre el crecimiento de la grieta. La determinación del parámetro k se realiza a partir de la siguiente ecuación (4):

$$k = \left[\frac{\frac{\tau'_f}{G} (2N_f)^{b\gamma} + \gamma'_f (2N_f)^{c\gamma}}{(1+\nu_e) \frac{\sigma'_f}{E} (2N_f)^b + (1+\nu_p) \varepsilon'_f (2N_f)^c} - 1 \right] \cdot \frac{\sigma'_y}{\sigma'_f (2N_f)^b} \quad (4)$$

Los modelos de plano crítico BM y FS han sido desarrollados sobre todo para materiales en los que el mecanismo de fallo principal es la nucleación y crecimiento de grietas en modo II o modo cortante.

4.2. Modelo de Smith, Watson y Topper (SWT)

La necesidad de un modelo de daño alternativo para materiales cuyo fallo se produzca por el crecimiento de la grieta a través de planos de máxima deformación o tensión normal, es decir, crecimiento en modo I o modo de tracción, es el fundamento del modelo de Smith, Watson y Topper. En estos materiales, la nucleación de la grieta se produce en modo cortante, pero la vida está controlada desde muy temprano por el crecimiento a través de planos perpendiculares a la dirección de máxima deformación y tensión normal. Estos autores proponen un parámetro de daño que incluye tanto la máxima amplitud de la deformación normal $\Delta\varepsilon_n/2$ como la máxima tensión normal $\sigma_{n,m\acute{a}x}$ sobre el plano que experimenta este máximo $\Delta\varepsilon_n/2$. La relación parámetro de daño vida propuesta es:

$$\sigma_{n,m\acute{a}x} \frac{\Delta\varepsilon_n}{2} = \frac{\sigma_f'^2}{E} (2N_f)^{2b} + \sigma_f' \varepsilon_f' (2N_f)^{b+c} \quad (5)$$

El término de tensión $\sigma_{n,m\acute{a}x}$ hace posible el tratamiento del efecto de las tensiones medias en problemas biaxiales, así como para los efectos derivados del endurecimiento cíclico no proporcional.

5. ANÁLISIS Y DISCUSIÓN DE RESULTADOS

Para la aplicación práctica de los modelos al problema biaxial tracción torsión se ha realizado el cálculo analítico en hojas de cálculo de todas las variables del problema.

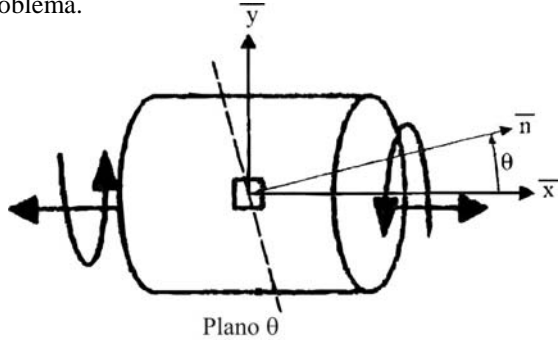


Figura 1. Plano cuya normal forma un ángulo θ con el eje en la probeta.

$$\frac{\gamma}{2} = \frac{\varepsilon_x - \varepsilon_y}{2} \sin(2\theta) - \frac{\gamma_{xy}}{2} \cos(2\theta) \quad (6)$$

$$\varepsilon_n = \frac{\varepsilon_x + \varepsilon_y}{2} + \frac{\varepsilon_x - \varepsilon_y}{2} \cos(2\theta) + \frac{\gamma_{xy}}{2} \sin(2\theta) \quad (7)$$

$$\sigma_n = \sigma_x \cos^2(\theta) + \tau_{xy} \sin(2\theta) \quad (8)$$

Donde:

$$\varepsilon_x = \varepsilon_a \sin(\omega t) \quad \gamma_{xy} = \gamma_a \sin(\omega t - \varphi) \quad \varphi = 0^\circ \text{ ó } 90^\circ \quad (8)$$

$$\varepsilon_y = -\nu \varepsilon_x = -\left[\nu_e \varepsilon_{x,e} + \nu_p (\varepsilon_x - \varepsilon_{x,e}) \right] = -\left[\nu_e \frac{\sigma_x}{E} + \nu_p \left(\varepsilon_x - \frac{\sigma_x}{E} \right) \right] \quad (9)$$

Haciendo uso de las ecuaciones 6 y 7, para cada plano que forme un ángulo θ entre 0° y 180° con el eje de la probeta (figura 1), se calcula a lo largo de todo el ciclo de deformaciones la amplitud de la deformación angular $\Delta\gamma/2$ en los modelos BM y FS o el rango de deformación normal $\Delta\varepsilon_n$ en el modelo SWT.

En el caso proporcional, el máximo y el mínimo temporal de las ecuaciones 6 y 7 se darán, simultáneamente en $\omega t = 90^\circ$ (donde $\varepsilon_x = \varepsilon_a$, $\sigma_x = \sigma_a$, $\gamma_{xy} = \gamma_a$ y $\tau_{xy} = \tau_a$) y $\omega t = 270^\circ$ (donde $\varepsilon_x = -\varepsilon_a$, $\sigma_x = -\sigma_a$, $\gamma_{xy} = -\gamma_a$ y $\tau_{xy} = -\tau_a$). Por lo que no es necesario el muestreo temporal de σ_x y τ_{xy} (o los ciclos de histéresis), ya que basta con obtener los valores de carga y par estabilizados a mitad de la vida con los que se obtienen σ_a y τ_a . Esto resulta mas complejo en el caso no proporcional (ε y γ desfasadas) donde $\varepsilon = \varepsilon_a$ y $\gamma = \gamma_a$ no se dan al mismo tiempo. Además, aunque resulta poco intuitivo, las mismas causas que originan el endurecimiento cíclico adicional, son también el origen de que los ciclos de histéresis σ - ε y τ - γ obtenidos estén “redondeados” en sus extremos por lo que $\varepsilon_x = \varepsilon_a$ y

$\sigma_x = \sigma_a$ no se dan en el mismo momento como tampoco $\gamma_{xy} = \gamma_a$ y $\tau_{xy} = \tau_a$. Existe también, por tanto, un pequeño desfase entre σ y ε y entre τ y γ . Así, ya que no se tienen claramente definidos los estados más desfavorables de deformaciones, es necesario realizar un muestreo temporal de todas las variables (ε_a , γ_a , F_a y T_a) durante el ciclo completo $N_f/2$ de carga no proporcional. No obstante, aún sin dichos datos, el despreciar ese pequeño desfase, así como suponer la misma variación senoidal para σ_x y τ_{xy} que las correspondientes a ε_x y γ_{xy} respectivamente, dado que los ciclos de histéresis observados son bastante estrechos, no introduce excesivos errores numéricos en el cálculo.

El máximo absoluto de $\Delta\gamma/2$ se dará en uno o varios planos, los críticos en los modelos BM y FS, igualmente el máximo absoluto de $\Delta\varepsilon_n$ se dará en uno o varios planos, considerados críticos en el modelo SWT. Para evaluar el parámetro de daño, en los planos críticos se calculará a lo largo de un ciclo el máximo rango de deformación normal $\Delta\varepsilon_n$ (usando la ecuación 7) en el modelo BM o la máxima tensión normal $\sigma_{n,max}$ en los modelos FS y SWT (usando la ecuación 8).

En la figura 2 se muestra a modo de ejemplo la variación de $\Delta\gamma/2$, $\Delta\varepsilon_n$ y del parámetro de daño del modelo BM ($\Delta\gamma_{max}/2 + S\Delta\varepsilon_n$) en función del plano θ para las condiciones de deformaciones y tensiones de la probeta BF1-1-2. Se puede ver como $\Delta\gamma/2$ tiene dos máximos en los planos 75° y 165° , pero en uno de ellos (165°) el valor del parámetro de daño BM es mayor. Puede observarse también que en este modelo, al igual que sucede con el modelo FS, el plano en el que el valor del parámetro de daño es máximo ($\theta = 10^\circ$) no coincide con los críticos.

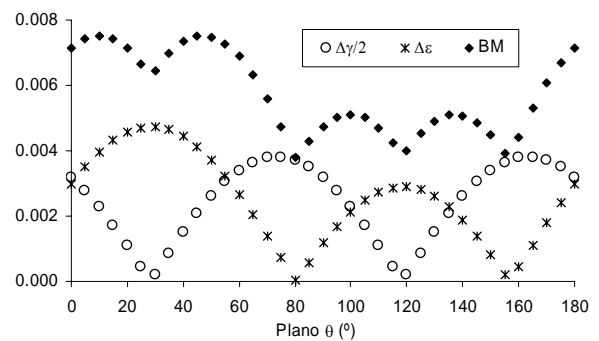


Figura 2. Variación de $\Delta\gamma/2$, $\Delta\varepsilon_n$ y parámetro de daño BM en función del plano θ para la probeta BF1-1-2.

La estimación de la vida a fatiga se hará introduciendo en las ecuaciones 1, 3 y 5 según el modelo, el máximo valor del parámetro de daño encontrado en cada caso, dado que producirá la vida más corta. Se asume pues, que el plano de fractura o fallo es aquel de entre los críticos de mayor parámetro de daño, es decir, la grieta dominante se nucleará y crecerá en el más desfavorecido de ellos.

En este punto es necesario discutir que si bien desde un punto de vista matemático, el máximo rango de las deformaciones se da sólo en unos planos, los críticos, los planos situados alrededor de uno determinado experimentan una deformación del mismo tipo cuyo valor es un alto porcentaje del máximo alcanzado en aquél. Dicho de otro modo, desde el punto de vista de fatiga, cualquier plano cercano del que experimenta la máxima deformación puede ser considerado crítico. De hecho en un rango angular de $\pm 18^\circ$ alrededor del plano de máxima deformación considerada, esta deformación se encuentra por encima del 90% del valor máximo, y en un rango de $\pm 10^\circ$ este porcentaje se eleva al 97%. Este hecho habrá que tenerlo en cuenta a la hora de comparar los planos críticos con los observados experimentalmente, buscando no coincidencias exactas sino aproximaciones dentro de al menos dichos rangos.

La medición del ángulo del plano de rotura experimental para cada probeta se ha efectuado a través de fotografías de las cuales la figura 3 muestra dos ejemplos. En el caso proporcional a la vista de la figura, de manera general, parece que las grietas se nuclean y comienzan su crecimiento en un plano determinado, para más tarde continuar creciendo por ambos extremos en un plano de mayor inclinación (mayor ángulo θ). Los valores de la tabla 6 son para al primero de ellos.

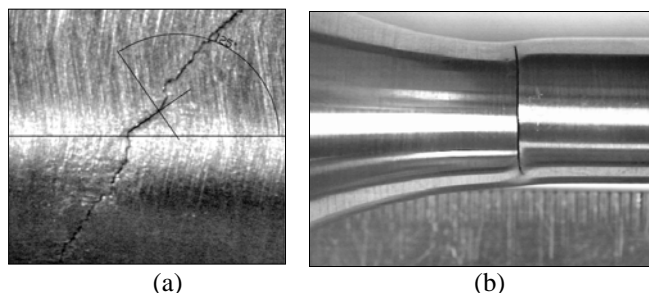


Figura 3 Plano de grieta a) caso proporcional BF1-2-1 b) caso no proporcional BD1-1-2

Por otra parte, si tal como sucede en el ejemplo de la figura 2, el segundo plano de $\Delta\gamma_{\max}/2$, también crítico y por tanto susceptible de que en él se nuclee una grieta, el parámetro de daño tiene un valor muy similar al máximo, es lógico considerar como probable que sea éste el plano que coincida con el plano real de fallo, favorecido quizás por otros factores como factores microestructurales. En base a este planteamiento, en los modelos BM y FS, para el caso proporcional los planos reales de fallo han sido comparados tanto con el plano crítico y máximo parámetro de daño como con el segundo plano crítico. Los resultados numéricos junto a los valores experimentales se recogen en la tabla 6 donde también figuran los planos en los que se alcanza el valor máximo del parámetro de daño. En el modelo SWT para el caso proporcional, el plano crítico definido por el modelo es único y coincide siempre con el plano en el que se alcanza el máximo valor del parámetro de daño, único valor que figura en la tabla, dado que no cabe el planteamiento anterior.

Tabla 6. Resultados de los planos experimentales de fallo y los considerados en el análisis.

Probeta	P_{\exp}	P_{γ_1}	P_{γ_2}	$P_{BM\max}$	$P_{FS\max}$	P_{STW}
BF1-1-2	157	165	75	10	65	30
BF1-2-1	125	70	160	45	170	25
BF1-2-2	160	70	160	45	170	25
BF1-3-2	150	70	160	45	170	25
BF2-1-1	170	75	165	50	175	30
BF2-1-2	175	75	165	50	175	30
BF2-2-1	154	75	165	50	175	30
BF2-2-2	145	75	165	50	175	30
BF2-3-2	129	75	165	50	175	30
BF3-1-1	127	170	80	15	180	35
BF3-1-2	119	170	80	15	180	35
BF3-2-1	132	170	80	15	70	35
BF3-3-2	140	75	165	50	175	30

P_{\exp} plano real de fallo medido en las probetas
 P_{γ_1} plano de $\Delta\gamma_{\max}/2$ y máximo parámetro de daño de BM o FS que en todos los casos coinciden
 P_{γ_2} segundo plano de $\Delta\gamma_{\max}/2$
 $P_{BM\max}$ plano de máximo parámetro de daño de BM
 $P_{FS\max}$ plano de máximo parámetro de daño de FS
 P_{STW} plano de máximo $\Delta\epsilon_n/2$, que coincide con el plano de máximo parámetro de daño SWT

De los resultados de la tabla 6 puede decirse que los planos P_{γ_1} , estimados como planos de fallo según BM y FS, no coinciden en gran medida con los valores reales, de hecho sólo parecen coincidir en el primer caso. No obstante, podría suponerse aproximado en otros 3 casos si consideramos que el ángulo de crecimiento de las grietas es mayor que el de el plano en el que se nuclean, valor presentado en la tabla. Sin embargo, los planos P_{γ_2} , segundo plano que experimenta $\Delta\gamma_{\max}/2$, coinciden con los reales en 8 de los 12 casos restantes. Por otra parte la peor aproximación corresponde al modelo SWT. Igualmente alejados de los valores reales resultan los planos $P_{BM\max}$ de máximo parámetro de daño según BM. Los planos $P_{FS\max}$ se aproximan en cierta medida a los reales debido a que en la mayoría de los casos son planos muy próximos a los de $\Delta\gamma_{\max}/2$.

En el caso no proporcional en todos los casos se observó que los planos de fractura eran aproximadamente perpendiculares al eje de la probeta. En este caso la predicción del plano de fractura en los modelos BM y FS, como el plano de $\Delta\gamma_{\max}/2$ y máximo parámetro de daño, coincide con el plano de fallo real, dado que en todos los casos analizados fue el plano $\theta = 0^\circ$ o 180° , que físicamente coinciden con un único plano, el perpendicular al eje de la probeta. Aquí, dado que la predicción del plano de fallo es acertada, carece de sentido considerar el segundo plano que experimente $\Delta\gamma_{\max}/2$, en el que además se obtiene un parámetro de daño muy inferior (no ligeramente inferior como ocurría en el caso proporcional). En cuanto al modelo SWT, en el caso no proporcional, para todos los casos analizados

existen dos planos que experimentan el máximo rango de deformación normal, experimentando a su vez estos dos planos también el mismo valor del parámetro de daño SWT. En este caso el modelo predice dos planos de fallo y al igual que en el caso proporcional, la estimación es completamente errónea situándose fuera incluso de las proximidades de 0-180°. Por ejemplo para la probeta BD1-1-1 los planos estimados fueron 35 y 145°, valores similares a estos son los obtenidos en todos los demás casos.

En cuanto a las estimaciones de vida a fatiga, la comparación con los resultados experimentales se presenta de forma gráfica en las figuras 4 y 5. Tanto en el caso proporcional como no proporcional la aplicación del modelo BM da vidas estimadas muy por debajo de las experimentales. Para el caso proporcional, considerando para la estimación de vida el parámetro de daño correspondiente al segundo plano que experimenta $\Delta\gamma_{\max}/2$ los resultados mejoran, dado que un menor parámetro de daño supone mayores vidas, situándose los resultados en la banda de tolerancias admisibles. Sin embargo, considerar para la estimación de vida el máximo valor del parámetro (opción en ocasiones empleada para ciertos historiales de carga) no hace sino empeorar los resultados, estimando vidas aún menores. La aplicación del modelo de SWT da resultados similares al modelo BM en el caso proporcional y las peores aproximaciones en caso no proporcional, resultando además no conservadoras y situándose en la zona de riesgo.

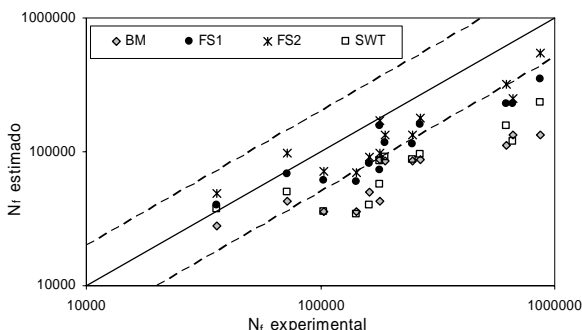


Figura 4 Vida estimada frente a experimental para el caso proporcional

Los mejores resultados tanto en el caso proporcional como no proporcional corresponden al modelo FS. En la figura 4 se presentan para el caso proporcional las estimaciones de vida considerando el parámetro de daño correspondiente a los planos $P\gamma_1$ (FS1) y $P\gamma_2$ (FS2) comprobándose la mejora al considerar el segundo plano que experimenta el rango máximo de deformación angular. Los mejores resultados para el modelo FS en comparación con BM pueden explicarse en parte debido a los valores adoptados para los parámetros cíclicos. Las probetas empleadas en los ensayos uniaxiales de tracción han sido probetas planas, mientras que las empleadas en los ensayos de torsión y biaxiales han sido probetas tubulares del mismo tipo. Aun con el mismo acero el proceso de obtención puede

haber determinado propiedades mecánicas muy distintas. El modelo BM es más sensible a los parámetros uniaxiales de tracción que el de FS, en cuya formulación sólo entran en el parámetro K.

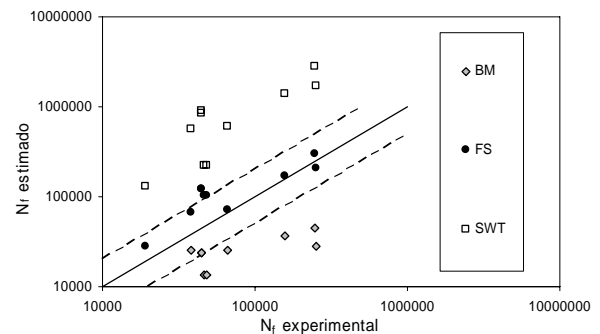


Figura 5 Vida estimada frente a experimental para el caso no proporcional

6. CONCLUSIONES

En este trabajo se ha pretendido analizar los modelos de plano crítico BM, FS y STW, centrando nuestra atención en la predicción de la orientación de la grieta o plano de fallo. Según los resultados obtenidos las predicciones del modelo SWT, planteado para modo de fallo a tracción, son totalmente erróneas. Por el contrario las predicciones de los modelos BM y FS proporcionan buenos resultados si se considera además el segundo plano que experimenta el rango máximo de deformación angular, también las estimaciones de vida considerando el factor de daño correspondiente a este segundo plano mejoran.

AGRADECIMIENTOS

Los autores desean agradecer la financiación por el MCyT dentro del proyecto "Estimaciones de vida en fatiga multiaxial con cargas de amplitud variable" (DPI2002-02581).

REFERENCIAS

- [1] Socie, Darrell F.; Marquis, Gary B. *Multiaxial Fatigue*. Society of Automotive Engineers, Inc. Warrendale, PA (USA), 2000.
- [2] Stephens, Ralph I., *Metal Fatigue in Engineering*. Wiley-Interscience. New York, NY (USA), 2000.
- [3] Millar K. J., Brown M. W., *Multiaxial Fatigue*, STP 853, ASTM, 1985.
- [4] Canales M., *Estimación del comportamiento a fatiga torsional de un acero estructural*, Anales de mecánica de fractura Vol. 1, 2006.
- [5] Gomez C., *Estudio del comportamiento cíclico de un acero estructural bajo estados de deformación biaxial en inicio de grieta*, Anales de mecánica de fractura Vol. 1, 2006.

COMPORTAMIENTO A FATIGA DE ARMADURAS DE REFUERZO DE ACERO INOXIDABLE DÚPLEX SOMETIDAS A SHOT-PEENING

E. Real, C. Rodríguez, F.J. Belzunce, A.F. Canteli

Escuela Politécnica Superior de Ingeniería de Gijón, Universidad de Oviedo, Campus de Viesques, 33203 Gijón, España

e-mail: cristina@uniovi.es

Tfno: 985181951. Fax 985182055

RESUMEN

En este trabajo se analiza la influencia del shot peening en el comportamiento a fatiga de barras corrugadas de acero inoxidable dúplex fabricadas tanto por laminación en caliente como por deformación en frío. Mediante la determinación experimental de las curvas S-N de las barras antes y después del shot peening se ha comprobado una importante mejora de su respuesta a fatiga debida fundamentalmente, a la inducción de un campo de tensiones residuales de compresión, pero también a la suavización de los defectos superficiales generados en el proceso de fabricación. Esta mejora es sensiblemente mayor en los corrugados en caliente, en virtud de su mayor capacidad de deformación plástica, frente a los corrugados en frío que se encuentran fuertemente endurecidos. La obtención de un mejor comportamiento a fatiga de las barras deformadas en frío pasaría por la modificación del proceso de shot peening, de modo que éste indujese una mayor deformación plástica y, consecuentemente, unas mayores tensiones residuales superficiales de compresión.

ABSTRACT

The influence of shot peening on the fatigue properties of duplex stainless steel reinforcing bars manufactured using both hot and cold rolled processes was studied. From determination of the S-N curves of the bars before and after the process of shot peening, the experimental results show that shot peening improves the fatigue behaviour of the re-bars, due essentially to the induction of a compressive residual stress field in their surface, but also to the smoothing of the superficial flaws generated in the manufacture process. This improvement is much greater for the hot rolled bars had mainly to the greater capacity of plastic deformation of these against the deformed ones in cold that are hard strongly. A more severe peening action capable of promoting greater plastic deformation of the bar surface needs to be used to improve the fatigue resistance of cold rolled corrugated bars.

PALABRAS CLAVE: Fatiga, curvas S-N, shot peening, armaduras corrugadas, acero inoxidable dúplex.

1. INTRODUCCIÓN

Las armaduras de refuerzo de acero inoxidable dúplex son cada vez más utilizadas en el armado de estructuras de hormigón que deban soportar ambientes con fuertes concentraciones de ión cloruro (ambientes salinos) [1]. Dado que además dichas estructuras se encuentran habitualmente sometidas a cargas cíclicas, las armaduras de refuerzo deben mostrar un buen comportamiento a fatiga, lo que en muchos casos no es fácil, debido tanto a su peculiar geometría como a otros factores, tales como la presencia de tensiones residuales generadas por los propios procesos de fabricación [2]. Teniendo en cuenta que el proceso de shot peening modifica tanto las tensiones residuales como el acabado superficial de los materiales [3], en este trabajo se

analiza la influencia de la utilización de este tipo de tratamiento superficial en el comportamiento a fatiga de barras corrugadas de acero inoxidable dúplex. Además se pretende evaluar cual ha sido la contribución individual de cada uno de estos factores (tensiones residuales y acabado superficial) en la mejora global inducida por el proceso.

2. MATERIALES Y PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL

En el trabajo se utilizaron barras corrugadas de acero inoxidable dúplex (tipo AISI 2205) que habrían sido fabricadas tanto por laminación en caliente (D2205 c) con un diámetro nominal de 16mm, como por

deformación en frío (D2205 f) cuyo diámetro nominal era de 12mm.

Parte de las barras fueron sometidas a un proceso industrial de shot peening utilizando una máquina centrífuga de 8 turbinas de 320mm de diámetro que impulsan un caudal de 275kg/min. a una velocidad angular de 3220 rpm. La granalla proyectada eran bolas de acero S-230 de 0.6mm de diámetro y el tiempo de exposición fue de aproximadamente 1.6 minutos. Las barras así tratadas se designarán como D2205csp y D2205fsp, respectivamente. En la figura 1 muestra, esquemáticamente la geometría final de las barras.

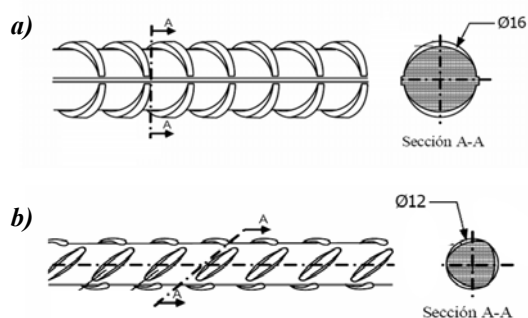


Figura 1. Geometría general de las barras: a) corrugadas en caliente, b) corrugadas en frío

La variación de la dureza a lo largo del diámetro de las barras se midió mediante ensayos Vickers con carga de 500g. Además, al objeto de discernir el tamaño de la zona superficial endurecida por el proceso de shot-peening, en dicha zona se realizaron medidas de microdureza Vickers utilizando una carga de 25g. Los ensayos de tracción se realizaron sobre trozos completos de corrugado de 200mm de longitud [4]. La caracterización a fatiga consistió en la determinación de las curvas S-N de las barras antes y después del proceso de shot peening. Para ello se realizaron ensayos de fatiga al aire, bajo una sollicitación axial de tracción y carga senoidal de amplitud constante. Se garantizó una longitud libre entre mordazas de 16 veces el diámetro nominal de la barra. Los diferentes valores de amplitud de tensiones ($\Delta\sigma = \sigma_{\max} - \sigma_{\min}$) se consiguieron manteniendo fija la tensión mínima en el 30% del límite elástico del material ($\sigma_{\min} = 0.3 \cdot \sigma_{ys}$) y variando la tensión máxima. El ajuste de resultados y la obtención de las curvas de isoprobabilidad se realizaron utilizando el modelo de Castillo et al. [5].

La influencia del shot peening en el acabado superficial se determinó mediante el cálculo del factor de fatiga a la entalla de las barras K_f , antes y después del shot peening [6]. Para ello se llevó a cabo el recuento y medida de los defectos superficiales mediante microscopía óptica y electrónica de barrido y tras asimilar dichos defectos a grietas semi-elípticas se aplicaron los criterios de Neuber [7] y Ostash [8].

Destacar que el estudio se limitó a las regiones del acuerdo barra-corruga, por producirse en esta zona la práctica totalidad de las roturas por fatiga. La heterogeneidad y el carácter aleatorio de las poblaciones de defectos encontradas impusieron un tratamiento estadístico, por lo que se empleó una función de distribución triparamétrica de Weibull, tomando como valor para K_f el correspondiente a una probabilidad de fallo del 95%. Por su parte, la medida de tensiones residuales se realizó mediante difracción de rayos X, con radiación de Cu y conforme a la norma SAE HS-784 [9]. Dada la irregularidad de la geometría de las barras resultó imposible realizar medidas fiables en las zonas de acuerdo barra-corruga por lo que los resultados que se presentarán corresponden a la zona comprendida entre dos corrugas.

3. RESULTADOS Y DISCUSIÓN

La tabla 1 muestra los valores medios de las propiedades mecánicas a tracción de las barras. Nótese que el comportamiento mecánico a tracción de los corrugados apenas se ve alterado por el proceso de shot peening. Esto es debido a que sus efectos sobre el material son sólo a nivel superficial no afectando a las propiedades macroscópicas de las barras.

Tabla 1. Propiedades mecánicas a tracción

Material	E [GPa]	σ_{ys} [MPa]	σ_{us} [MPa]	A [%]
D2205 c	166	630	793	51
D2205 csp	165	640	798	42
D2205 f	153	965	1103	16
D2205 fsp	151	950	1111	15

Lo mismo ocurre con los valores macroscópicos de dureza en los que no se apreció diferencia entre las barras que han sido sometidas a shot-peening y las que no lo han sido. Sin embargo, y como puede observarse en la Figura 2, donde se representa la variación de la microdureza (HV25g) con la distancia a la superficie de las barras, el shot peening produce un endurecimiento superficial, que se extiende hasta una profundidad de unas 600 μm en el caso de las barras corrugadas en caliente mientras que en el caso de las corrugadas en frío el endurecimiento tan solo alcanza las 350 μm de profundidad. Este resultado se fundamenta en la mayor ductilidad y por tanto, mayor susceptibilidad a la deformación plástica, del material de las barras corrugadas en caliente frente al de sus homólogas corrugadas en frío que, de partida, se encuentra más endurecido.

Además, el endurecimiento provocado por el shot-peening en cada tipo de barra no es el mismo en todas las zonas. Nótese que los valores recogidos en la Figura 2 corresponden a medidas realizadas en la zona comprendida entre dos corrugas. Si estas medidas se realizan en otra zona los resultados son sensiblemente distintos. Así y como puede observarse en la Figura 3,

si las medidas de microdureza se realizan en la zona de la corruga, tanto la profundidad de la zona endurecida como el incremento de dureza provocado por el shot peening son sensiblemente inferiores en ambos tipos de barra, pero sobre todo en las corrugadas en frío. La explicación a este hecho se base en dos factores: el material de la zona de la corruga se muestra de partida, más endurecido y el efecto de la granalla siempre será más efectivo en la zona entre corrugas, al ser una zona más diáfana y plana.

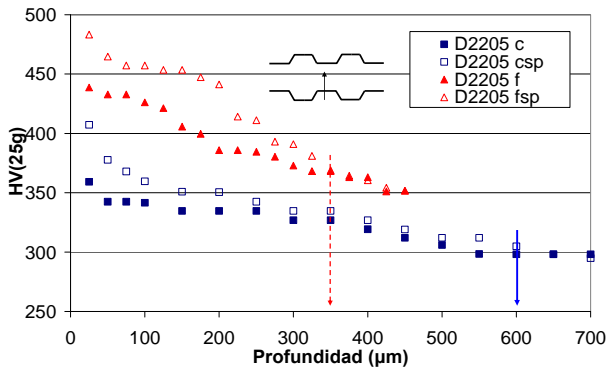


Figura 2. Variación de la microdureza Vickers (HV25g) con la distancia a la superficie de las barras en la zona entre corrugas

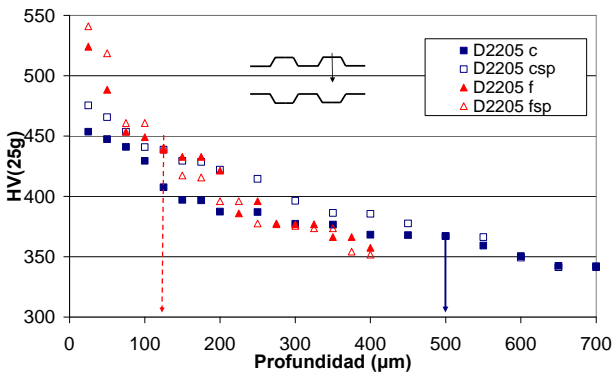


Figura 3. Variación de la microdureza Vickers (HV25g) con la distancia a la superficie de las barras en la zona de las corrugas

Por su parte, las figuras 4 y 5 muestran, respectivamente, en escala doblemente logarítmica, las curvas S-N obtenidas para las barras corrugadas en caliente antes y después del proceso de shot-peening.

Las Figura 6 y 7 recogen estos mismos resultados en el caso de las barras corrugadas en frío.

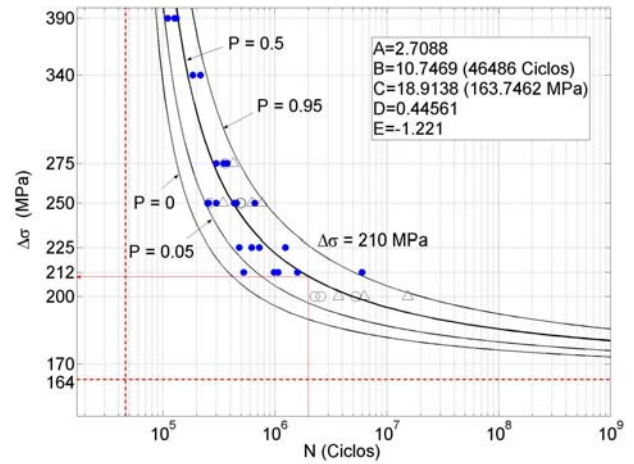


Figura 4. Curvas S-N de las barras corrugadas en caliente antes del shot peening

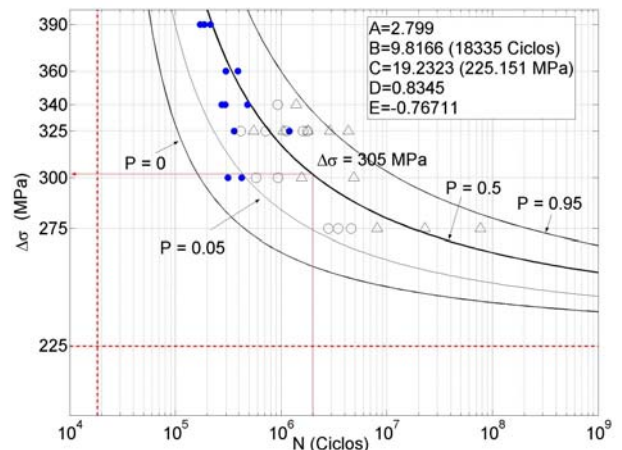


Figura 5. Curvas S-N de las barras corrugadas en caliente tras el shot peening

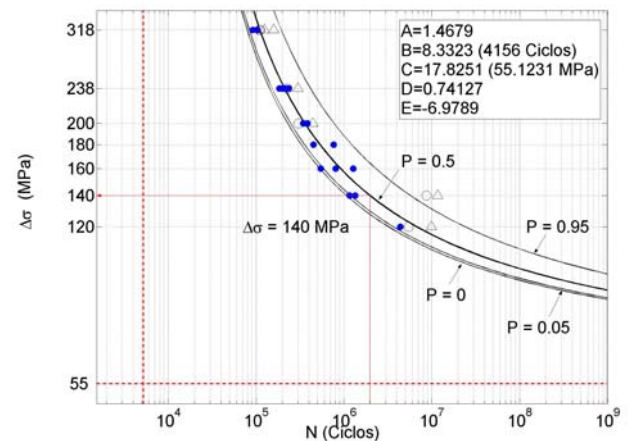


Figura 6. Curvas S-N de las barras corrugadas en frío antes del shot peening

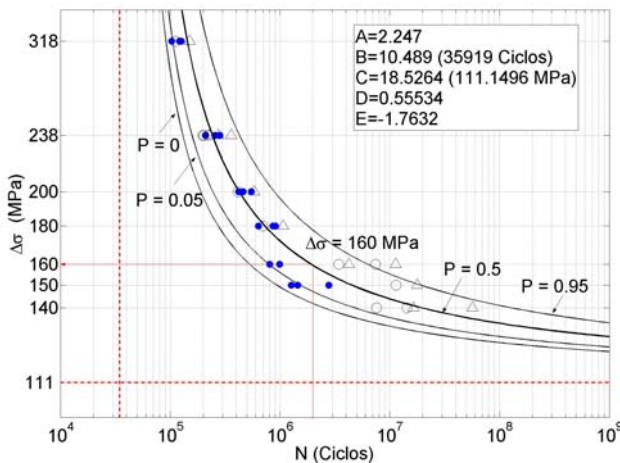


Figura 7. Curvas S-N de las barras corrugadas en frío tras el shot peening

Ambas figuras también muestran los valores de los cinco parámetros del modelo de ajuste utilizado [5] y el límite de fatiga de las barras, tanto para una vida infinita (parámetro C del modelo) como para una vida de $2 \cdot 10^6$ ciclos, $\Delta\sigma_0$ (resistencia a la fatiga). Conviene señalar que, independientemente del nivel de tensión aplicado, todas las roturas tuvieron lugar en la zona de acuerdo entre la barra y la corruga.

A la vista de estas figuras se puede concluir que el proceso de shot peening mejora el comportamiento a fatiga de ambos tipos de corrugado elevando la vida a fatiga no sólo en la zona de bajas amplitudes sino también en la de elevadas sollicitaciones.

Sin embargo, los beneficios del proceso de shot peening son mucho más notables en el caso de los corrugados en caliente (el límite de fatiga sufre un incremento de un 37 % para una vida infinita y de un 45 % para una vida de $2 \cdot 10^6$ ciclos) que para los corrugados en frío (la resistencia a la fatiga para una vida de $2 \cdot 10^6$ ciclos sufre un aumento de tan solo el 14%). Los diferentes resultados en un caso o en otro vuelven a estar fundamentados en la mayor dureza y menor susceptibilidad a la deformación plástica de las barras corrugadas en frío.

De todos modos, e independientemente del tipo de barra analizado, se puede suponer que la mejora en cuanto a comportamiento a fatiga será atribuible a los dos efectos fundamentales que produce el proceso de shot-peening sobre el material de la superficie de las barras: por un lado la modificación del acabado superficial y por otro el campo de tensiones residuales inducido en la zona superficial de las mismas.

Al objeto de discernir y cuantificar el efecto individual de cada uno de estos factores a continuación analizaremos el debido exclusivamente a la modificación del acabado superficial para

posteriormente analizar el debido a las tensiones residuales.

En la Tabla 2 se muestran los valores del factor de reducción de la vida a fatiga, K_f , calculados tanto por el criterio de Neuber como de Ostash a partir del análisis de los defectos superficiales de cada tipo de barra. Como puede observarse, tanto en el caso de las barras corrugadas en caliente como en frío, el shot peening mejora sensiblemente el acabado superficial de las barras, obteniéndose menores valores de K_f tras dicho proceso. El efecto beneficioso del shot peening en cuanto al acabado superficial de las barras puede observarse claramente en la figura 8, donde se muestran el aspecto superficial de las barras corrugadas en frío antes (a) y después (b) del proceso de shot peening. En la figura correspondiente a la barra sin granallar (figura 8.a) se pueden apreciar las estrías o defectos que presenta la barra en la dirección de laminación y que tras el proceso de shot-peening (figura 8.b) han disminuido considerablemente, mostrando la superficie una apariencia más uniforme donde quedan patentes además las huellas de los impactos de la granalla.

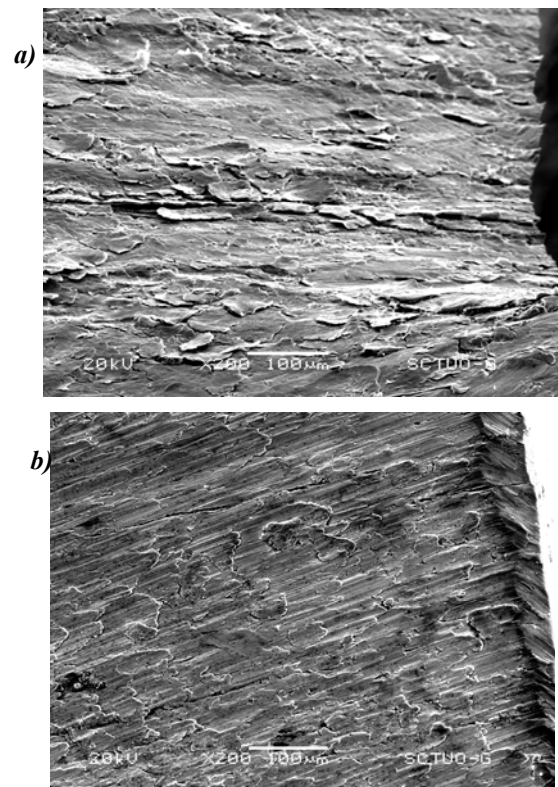


Figura 8. Aspecto superficial de las barras corrugadas en frío: a) antes del shot peening, b) tras el shot peening

Aplicando estos coeficientes a los límites de fatiga obtenidos experimentalmente para cada tipo de barra ($\Delta\sigma_0$), podemos obtener los límites de fatiga ($\Delta\sigma_L$) que teóricamente presentaría una barra lisa (sin defectos superficiales) del mismo material, pero sometida, no

obstante, tanto al efecto de la tensión media que se le haya aplicado al corrugado en cuestión, como a las posibles tensiones residuales presentes en el mismo. La expresión que representaría esta relación sería:

$$\Delta\sigma_L = K_f \cdot \Delta\sigma_0 \quad (1)$$

La Tabla 2 recoge los resultados obtenidos. Obviamente el límite de fatiga de una barra sin defectos ($\Delta\sigma_L$) debe ser superior al mostrado por una barra que los posea.

Tabla 2. Valores de K_f , $\Delta\sigma_0$ y $\Delta\sigma_L$

Material	K_f		$\Delta\sigma_0$ (MPa)	$\Delta\sigma_L$ (MPa)	
	Neuber	Ostash		Neuber	Ostash
D2205 c	1.47	1.82	210	309	383
D2205 csp	1.39	1.69	305	424	515
D2205 f	1.91	1.95	140	267	273
D2205 fsp	1.67	1.81	160	267	290

Nótese, sin embargo, que una vez efectuada esta corrección, las barras corrugadas en caliente siguen mostrando diferentes límites de fatiga antes y después del shot peening, mientras que sus homólogas corrugadas en frío ya muestran prácticamente el mismo comportamiento antes que después de ser granalladas.

Una vez corregido el efecto del acabado superficial, el diferente comportamiento a fatiga de las barras sería únicamente atribuible a la modificación del campo de tensiones residuales provocado por el shot peening.

Esta diferencia entre las tensiones residuales de las barras antes y después del proceso, se traduce, en cuanto a la caracterización experimental a fatiga se refiere, en que las barras sometidas a shot peening han soportado un nivel de tensión media (y obviamente máxima) diferente al de las barras que no han sufrido dicho proceso. Dado que existen expresiones que permiten corregir el efecto de la tensión media [10], podríamos hacer uso de dichas correcciones para evaluar el incremento de tensiones residuales que teóricamente induciría el proceso de shot peening.

En el caso de los materiales aquí empleados, la corrección más adecuada es la Ley de Walker [11] que relaciona los límites de fatiga de un determinado material, cuando han sido obtenidos a diferentes niveles de tensión media y con diferentes relaciones de tensiones mediante el cálculo de una tensión equivalente:

$$\Delta\sigma_{eq} = \sigma_{\max} (1-R)^{A_3} \quad (2)$$

Donde R es la relación de tensiones y A_3 es una constante que depende del tipo de material y que en nuestro caso toma los valores recogidos en la Tabla 3.

Haciendo uso de la ecuación (2) podríamos relacionar la tensión máxima a la que estuvieron sometidas las barras durante los ensayos (y que teóricamente únicamente sería cierta para las barras sin granallar) con la que correspondería realmente a las barras granalladas que estarán afectadas por un incremento de tensiones residuales ΔTR . De este modo la ecuación (2) podría reescribirse como:

$$\sigma_{\max} = \left(\sigma_{\max}^{sp} + \Delta TR_{S-N} \right) (1-R)^{A_3} = \left(\sigma_{\max}^{sp} + \Delta TR_{S-N} \right) \left(1 - \frac{\sigma_{\min}^{sp} + \Delta TR_{S-N}}{\sigma_{\max}^{sp} + \Delta TR_{S-N}} \right)^{A_3} \quad (3)$$

donde, σ_{\max} , y σ_{\max}^{sp} son las tensiones máximas aplicadas a las barras originales y a las sometidas a shot peening y ΔTR_{S-N} , simboliza el incremento de tensión residual debido a dicho proceso.

Despejando ΔTR_{S-N} de la ecuación (3) se obtiene el incremento de tensiones residuales que teóricamente induciría el proceso de shot-peening en cada tipo de barra. Los valores obtenidos en función de los criterios empleados para corregir el efecto del acabado superficial (Neuber u Ostash) se recogen en la tabla 3. En esa misma tabla se recogen, asimismo, las medidas de tensiones residuales obtenidas experimentalmente mediante difracción de rayos X.

Tabla 3. Incremento de tensiones residuales debido al proceso de shot peening

Material	ΔTR_{S-N} (MPa)		A_3	ΔTR_{DRX} (MPa)
	Neuber	Ostash		
D2205 c D2205 csp	-204	-208	0.4	-491±16
D2205 f D2205 fsp	1	-53	0.44	-316±18

Como puede observarse el incremento de tensión residual producido por el shot-peening y calculado a través de las curvas S-N es negativo o nulo en todos los casos. El proceso de shot peening induce en los corrugados tensiones residuales de compresión, que mientras que en el caso de los corrugados en caliente llegan a superar los 200MPa, en el caso de las barras corrugadas en frío apenas son perceptibles.

No obstante, el incremento de tensiones residuales así obtenido es notablemente inferior al obtenido mediante la utilización de técnicas difractométricas, TR_{DRX} , las cuales preveían un incremento de la tensión residual de

casi -500MPa para las barras corrugadas en caliente y de unos -300MPa para las deformadas en frío.

La explicación a este hecho podría fundamentarse en que las tensiones residuales obtenidas en uno u otro caso corresponden a diferentes zonas de las barras. Así, mientras que los valores obtenidos a partir de las curvas S-N corresponden a las tensiones residuales de la zona de acuerdo barra-corruga en la que se produce la práctica totalidad de las roturas por fatiga, las medidas realizadas por difracción de rayos X, fueron realizadas en una zona totalmente diferente (entre corrugas). Como ya se había advertido en la medida de microdureza (Figuras 1 y 2) el material de la corruga se encontraba, de partida, más endurecido y por lo tanto será menos sensible al efecto del tratamiento de shot-peening que el resto, lo que unido a que la zona del acuerdo, geoméricamente muy compleja, va a ser mucho menos accesible a la granalla que la zona entre corrugas (más diáfana y plana), explicaría la diferencia de medidas.

4. CONCLUSIONES

El proceso de shot peening mejora el comportamiento a fatiga de las barras corrugadas de acero inoxidable dúplex debido tanto a la inducción de un campo de tensiones residuales de compresión como a la mejora del grosero acabado superficial de las barras que inducen los procesos de fabricación convencionales.

Se ha desarrollado una metodología experimental que permite cuantificar la influencia individual de cada uno de estos dos factores en la mejora inducida por el shot peening.

La mejoría en cuanto a comportamiento a fatiga inducida por el shot peening es claramente superior en el caso de las barras corrugadas en caliente, debido a la mayor capacidad de deformación plástica de éstas frente a las deformadas en frío que se encuentran fuertemente endurecidas. Así la resistencia a la fatiga de las barras corrugadas en caliente se incrementó en un 45% mientras que en las deformadas en frío el incremento fue de tan sólo el 14%.

La mejora del comportamiento a fatiga de las barras corrugadas en frío a través de la utilización de shot peening pasaría por la optimización de este proceso de modo que indujera una mayor deformación plástica en las barras.

AGRADECIMIENTOS

Los autores desean expresar su agradecimiento al Ministerio de Fomento por la financiación recibida a través del proyecto C60/06, así como a la empresa ROLDAN S.A. por el suministro del material utilizado en este trabajo.

REFERENCIAS

- [1] Tilly G.P. *Fatigue of steel reinforcement bars in concrete: a review*. Fatigue of Engineering Materials and Structures, Vol2: 251-268 (1979).
- [2] J. Ruiz, J.M. Atienza, M. Elices. *Residual stresses in wires: influence of wire length*. Journal of Materials Engineering and Performance, vol. 12(4), pp. 480-489, (2003)
- [3] Gao Y., Lu F., Yin F. and Yao. *Effects of shot peening on fatigue properties of 0Cr13Ni8Mo2Al steel*. Materials science and technology Vol. 19, 372-374 (2003)
- [4] ISO/CD 15630-1. 2 (1998): *Steel for the reinforcement and prestressing of concrete –Test methods- Part 1: Reinforcing bars and wires*.
- [5]Castillo E, F.Canteli, A, Esslinger, V, Thürlimann, B. *Statistical Model for Fatigue Analysis of Wires, Strands and Cables Zürich*, IABSE Proceedings 82/8 (1985).
- [6] Real E. *Influencia de la tensión media y del proceso de fabricación en el comportamiento a fatiga de barras corrugadas de acero inoxidable dúplex*. Tesis Doctoral. Universidad de Oviedo. (2007)
- [7] Neuber, H. *Theory of notch stress*. J.W. Edwards, Publisher, Inc., Ann Arbor, Michigan (1946)
- [8] Ostash, O.P.; Panasyuk, V.V. *Fatigue process zone at notches*. International Journal of Fatigue 23, pp. 627-636 (2001)
- [9] SAE HS-784 *Residual stress measurement by X-ray diffraction*. (2003).
- [10] Bannantine J, Comer J, Handrock J. *Fundamentals of metal fatigue analysis*. Prentice Hall (1990)
- [11] Walker, K. Subcommittee E-9V Winter Meeting (1969).
- [12] E. Real, C. Rodríguez, A. Canteli, J. Belzunce, M. Aenlle. *Efecto de la tensión media en el comportamiento a fatiga de barras corrugadas de acero inoxidable dúplex*. Anales de Mecánica de Fractura, Vol. (22), 353-359 (2005)

EVALUACIÓN DE LAS CURVAS S-N-P EN EL ENSAYO DE FATIGA EN FLEXIÓN EN CUATRO PUNTOS

M. Toledano¹, M. A. Arenas², A. Donado², A. Monsalve³, L. Ramirez¹, A. Conde²

¹Área de Ciencia e Ingeniería de Materiales, E.T.S.I. Caminos, Canales y Puertos.
Campus de Elviña s/n, 15071 Coruña. E-mail: mtoledano@udc.es

²Departamento de Corrosión y Protección
Centro Nacional de Investigaciones Metalúrgicas (CENIM/CESIC)
E-mail: geles@cenim.cesic.es

³Departamento de Ingeniería Metalúrgica, Facultad de Ingeniería, USACH, Santiago, Chile.
E-mail: amonsalv@usach.cl

RESUMEN

El principal objetivo de este trabajo es obtener el comportamiento en fatiga de aleaciones de aluminio aeronáutico utilizando el ensayo de fatiga en flexión en cuatro puntos, en control de carga. La ventaja de este ensayo frente a los dispositivos convencionales de fatiga en flexión rotativa son varios. En primer lugar permitirá analizar la respuesta del material frente a los efectos combinados de la fatiga en un ambiente agresivo. Otra de las ventajas del ensayo propuesto es que produce un momento uniforme entre los puntos de carga interiores en la muestra, lo que da lugar a una tensión de tracción máxima uniforme en la superficie, permitiendo realizar medidas de corrosión en esta longitud. Además, se pueden utilizar probetas de espesores pequeños (entre 1-2 mm) y sin necesidad de mecanizado, lo que reduce sustancialmente el coste de los ensayos derivados de la materia prima y fabricación de piezas. El material estudiado es una aleación de aluminio 7075-T6 sometida a un tratamiento de anodizado sulfúrico. Los datos obtenidos se han comparado cuantitativamente con las curvas S-N-P obtenidas por otros autores mediante el ensayo de fatiga en flexión rotativa.

ABSTRACT

The main objective of the work is to obtain the fatigue behavior of aeronautical aluminium alloys using the four points bending test under loading control. The advantage of this test, regarding to conventional devices of fatigue - rotating bending-, are several. Firstly, it will allow to analyze the response of the material against the combined effects of the fatigue in an aggressive environment. Secondly, it produces a uniform moment among the interior load points in the specimen promoting a maximum uniform tension of traction in the surface, allowing to perform corrosion measurement in this area. In addition, specimens of small thickness (between 1-2 mm) can be used without needing a prior mechanized, reducing substantially the cost of the tests derived from the material and manufacture of the samples. The studied material is a 7075-T6 aluminium alloy anodised in sulphuric acid bath. The obtained information has been compared quantitatively with the curves S-N-P described in the literature by means of the fatigue in rotating bending test.

PALABRAS CLAVE: fatiga, flexión en cuatro puntos, vida útil, aleación de aluminio

1. INTRODUCCIÓN

El acabado superficial de las aleaciones de aluminio de alta resistencia es un factor de gran importancia cuando estos materiales se utilizan en componentes sometidos a cargas cíclicas, como ocurre en el caso de las aleaciones utilizadas en la industria aeroespacial [1]. El comportamiento a fatiga depende de factores superficiales tan diversos como la rugosidad, la orientación, tensiones residuales, deformación plástica, cambios de fase y microgrietas [2]. Estos factores

pueden acelerar o retardar el fallo de un componente trabajando bajo sollicitación de cargas alternas.

En particular, los procesos de corrosión tienen especial relevancia en la industria aeronáutica dado que pueden afectar a la integridad estructural (condiciones superficiales y respuesta mecánica) del avión. Para mejorar la resistencia de las aleaciones al fenómeno de la corrosión, la técnica de protección más empleada hasta el momento es el anodizado, básicamente, por la facilidad y la manera controlada con la que se crecen las películas de óxidos (capa protectora de alúmina) sobre la superficie de aluminio [3]. Una de las

características fundamentales del anodizado es que puede ser realizado utilizando diferentes medios ácidos, (sulfúrico, crómico y fosfórico), lo que significa que según el electrolito utilizado, el crecimiento de la película de alúmina se realizará en diferentes condiciones y sus características de porosidad y estructura variarán según haya sido el tipo de anodizado. En consecuencia es de esperar que la respuesta a fatiga del material este influenciada por el tipo de anodizado realizado sobre la aleación.

En trabajos previos [4-5], los autores han analizado la integridad estructural de las aleaciones de aluminio 7075-T7 y 2024-T3. En estas investigaciones se relacionó las condiciones superficiales, ligadas al uso de tres tipos de electrolito: ácido crómico, ácido sulfúrico y ácido sulfúrico-bórico, con la respuesta mecánica de fatiga en el ensayo de flexión rotativa, obteniendo las curvas S-N-P (tensión-número de ciclos- probabilidad de fractura).

Otro hecho importante, es que la resistencia a fatiga de las aleaciones de aluminio es significativamente inferior en un medio corrosivo que en un ambiente inerte, especialmente en tensiones bajas y largos periodos de tiempo [6]. Por tanto, para completar la caracterización de estas aleaciones (2024 y 7075) sería conveniente realizar ensayos de corrosión-fatiga, en donde se pudiera analizar la sinergia de ambos factores. Para realizar estos estudios se descartó el ensayo de fatiga en flexión rotativa, debido a que la propia configuración del ensayo dificulta la colocación de una célula electroquímica. La alternativa que se propuso es el ensayo de fatiga en flexión en cuatro puntos [7]. La ventaja de este ensayo es que produce un momento uniforme entre los dos puntos de carga interiores en la muestra, lo que da lugar a una tensión de tracción máxima uniforme en la superficie (en consecuencia se puede analizar la influencia del recubrimiento sobre las propiedades de fatiga). En segundo lugar, no se necesita sistemas de amarre especiales para estos ensayos, y además es sencilla la preparación de las muestras, cuya sección transversal es uniformemente rectangular. Sin embargo, no existe una norma estándar para los ensayos de flexión en cuatro puntos, y por tanto las geometrías utilizadas tanto de la muestra como de los puntos de aplicación de carga, suelen ser distintas en los diferentes laboratorios. Estos factores pueden tener un efecto considerable sobre los resultados del ensayo [8]. Como guía para estos ensayos se utiliza la norma Standard D6272-02 [9], que recomienda utilizar probetas con una geometría determinada (span de apoyo/espesor > 16) para garantizar que la máxima tensión se obtiene en el medio de los puntos de aplicación de carga y no en las proximidades de los puntos de carga. La geometría de carga más utilizada, en términos de la relación span de apoyo vs. span de carga (L/t) suele estar entre 2 y 3.

En particular, en este trabajo se ha caracterizado el comportamiento a fatiga mediante el ensayo de flexión en cuatro puntos de la aleación de aluminio 7075-T6 con recubrimiento de anodizado en ácido sulfúrico. Los resultados obtenidos, expresados en función de la curva S-N-P, se han comparado con los datos de resistencia y límite de fatiga disponibles en la bibliografía [10].

2. MATERIALES

En el presente trabajo se han anodizado muestras de 79x19x2 mm de una aleación de aluminio 7075-T6, cuya composición se recoge en tabla 1. Previo a la anodización, las muestras fueron sometidas a un ataque alcalino en 0,5 M NaOH a 40 °C durante 3 minutos y posteriormente, a un ataque ácido en HNO₃ (300 ml/l) para eliminar la capa de smut negra depositada sobre la superficie durante el tratamiento alcalino.

Para llevar a cabo el crecimiento de las películas anódicas, se ha empleado una fuente de potencia y un amperímetro de resistencia cero para la recogida de corriente durante la formación de la capa. El óxido anódico se ha crecido en ácido sulfúrico 0.4 M, durante 5 minutos a un voltaje constante de 20 V y a una temperatura de 35° C. Dicho proceso se ha realizado en un baño termostatzado para controlar que la temperatura del electrolito se mantuviera constante durante todo el ensayo. Los espesores de las capas anódicas generadas se han medido mediante un ISOSCOPE MP (Fischer).

Tabla 1. Composición nominal de la aleación de aluminio

	Al	Zn	Cu	Mg	Mn
7075-T6	bal	5.1-6.1	1.2-2.0	2.1-2.9	0.30

3. PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL

Los ensayos se realizaron en una máquina de ensayos universales servohidráulica Instron 8516. Como dispositivo para la flexión en cuatro puntos se diseñó un módulo que tiene ajustables los puntos de apoyo y los puntos de carga, según se muestra en la figura 1.

Para los ensayos se utilizó un span interior (t) y exterior (L) de 30 mm y 45 mm, respectivamente, con una relación span de apoyo/espesor de 22.5. La distribución de momentos en la muestra se presenta en la figura 2.

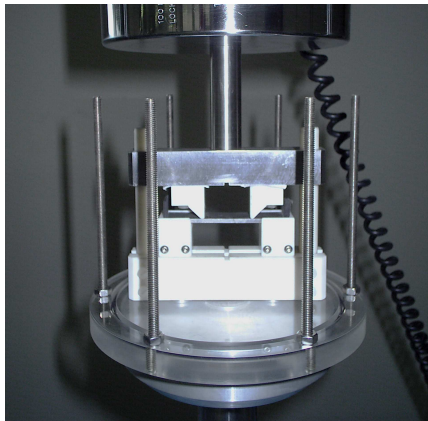


Figura 1. Dispositivo de fatiga en flexión en cuatro puntos

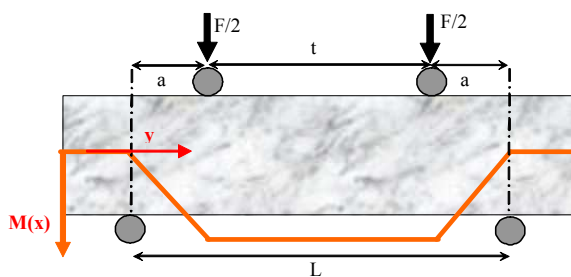


Figura 2. Geometría de la probeta y distribución de momentos en el ensayo de flexión en cuatro puntos.

La probeta se mecanizó de modo que el avance de la grieta tenga lugar según la orientación T-L.

Aplicando los conceptos de mecánica de resistencia de materiales, la tensión máxima de tracción, que se obtiene en la superficie inferior de la muestra se calcula según la expresión:

$$S = \frac{3P(L-t)}{2wh^2}$$

Donde P es la carga aplicada, w es el ancho y h el espesor.

Previo a los ensayos dinámicos de fatiga se realizó la caracterización del material en un ensayo estático de flexión. Este ensayo se realiza para determinar el campo de tensiones elástico de la aleación de aluminio y los desplazamientos asociados del actuador. Estos valores se utilizarán para definir de manera correcta el ensayo de fatiga.

El ensayo estático de flexión se realizó aplicando primero una precarga en control de carga de 20 N. A continuación se llevó a cabo el ensayo de flexión en control de posición, manteniendo constante la

velocidad de desplazamiento del actuador a 1 mm/min. Durante el ensayo se registraron los datos de carga y desplazamiento.

Los ensayos de fatiga se realizaron en control de carga aplicando una onda senoidal de amplitud constante a frecuencia de 15 Hz y $R = 0,1$ (donde R es la relación entre la tensión mínima y máxima). La finalización del ensayo se produjo cuando el número de ciclos de fatiga alcanzó el límite tecnológico establecido en 5×10^6 ciclos o bien cuando se produce el fallo del material. Para obtener la tensión de rotura frente al número de ciclos (curva S-N), uno de los principales criterios que se estableció a priori, es el criterio de fallo, dado que no existe una normativa estándar para los ensayos de fatiga en flexión en cuatro puntos para los materiales objeto de este estudio. El fallo por fatiga del aluminio no se produce de una forma brusca, fisurándose totalmente el material, lo que permitiría fácilmente determinar el número de ciclos asociados al fallo por fatiga, sino que tiene lugar un progresivo deterioro del material, que se pone de manifiesto por el avance de la grieta en la fibra inferior de la probeta.

Debido a la elevada tolerancia al daño del aluminio, es necesario definir un criterio de fin de ensayo que no esté necesariamente relacionado con la separación de la muestra en dos partes. Para definir la fractura en control de carga se consideró que el fallo del material ocurre cuando la flexibilidad cíclica del material aumenta un 10% con respecto a su valor inicial.

Se define la flexibilidad cíclica como:

$$C = \frac{\Delta\delta}{\Delta P}$$

donde $\Delta\delta$ es la amplitud cíclica del desplazamiento y ΔP la amplitud cíclica de carga

En la figura 3 se muestra un ejemplo del momento en el que se produce la fractura del material y el cambio asociado en la flexibilidad de la muestra.

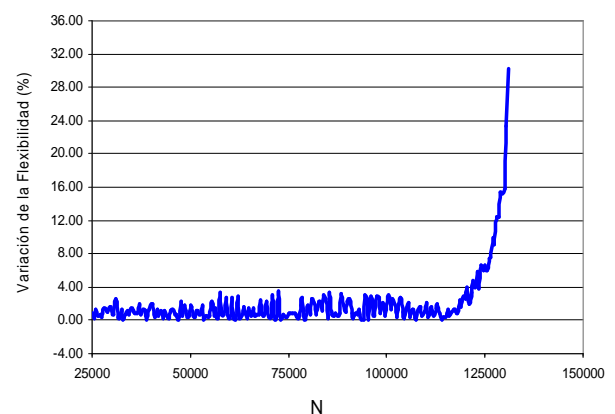


Figura 3. Variación de la flexibilidad en función del número de ciclos.

5. RESULTADOS

5.1. Anodizado

Después del crecimiento de la capa anódica, el aspecto superficial de la muestra es homogéneo. En la figura 4 se presentan la respuesta intensidad –tiempo recogida durante el crecimiento de la capa anódica en el baño de ácido sulfúrico. Esta respuesta es típica de películas crecidas sobre aluminio en medios ácidos a voltaje constante. Inicialmente se describe una brusca caída de la densidad de corriente hasta un valor mínimo i_{\min} que está asociada a la formación de la capa barrera (etapa I). Posteriormente, durante la etapa II, se desarrollan poros en la capa barrera, mientras que la típica morfología de las capas porosas se alcanza en la etapa III. Finalmente, en la etapa IV, se alcanza un valor constante de densidad de corriente de 18.5 mA/cm^2 para este caso, conocido como estado estacionario, en la que continúa la propagación de los poros.

Esta curva de anodizado es altamente reproducible para todas las muestras empleadas. En general, la capa anódica está formada por una doble estructura: capa barrera en la intercara metal/óxido con un espesor de unos 15 a 20 nm para el baño y aleación empleada y de una capa porosa más externa. El espesor total de la capa dependerá del tiempo total de anodizado. Los espesores totales de las capas anódicas medidas con el Fisherscope son del orden de $1.3 \pm 0.2 \text{ } \mu\text{m}$.

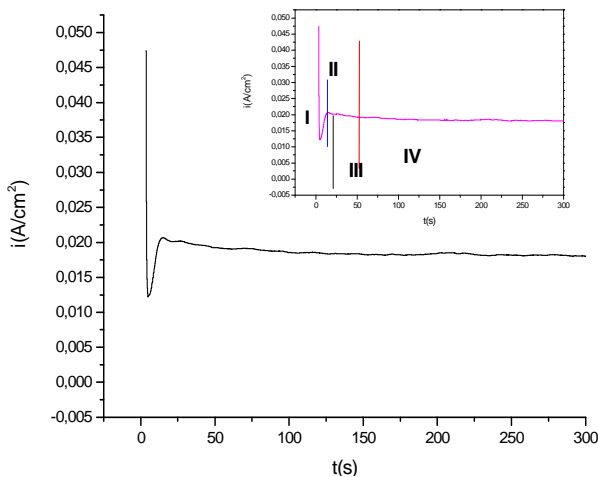


Figura 4. Curva de anodizado de la aleación 7075 en ácido sulfúrico 0.4 M a 20 V durante 5 minutos.

5.2. Ensayo estático de flexión

Debido al comportamiento dúctil del aluminio, en el ensayo estático de flexión el material no rompe y el ensayo se transforma en plegado. En consecuencia, no es posible determinar la tensión de rotura y el ensayo se suspende en plena deformación plástica próximo al fondo de escala de la célula de carga. A partir de este

ensayo se obtuvo la gráfica de tensión (MPa) frente a desplazamiento (mm) de la figura 5, y de aquí se determinó el valor de tensión proporcional que marca el límite entre el comportamiento elástico-lineal y plástico. El valor del límite proporcional calculado es de 2,1 kN (606 MPa).

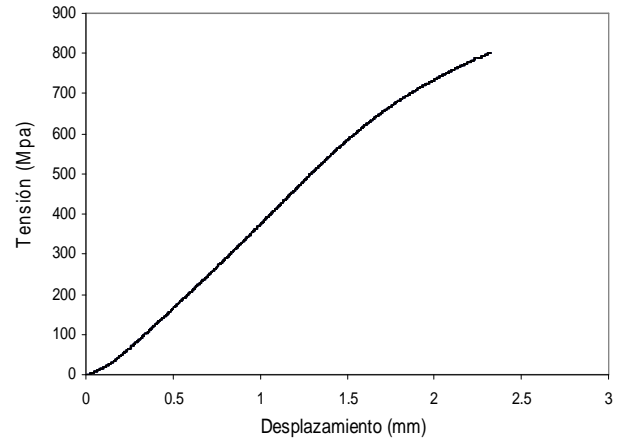


Figura 5. Gráfico tensión-desplazamiento para la probeta de aluminio 7075-T6

Los datos de fatiga se presentan en una gráfica semilogarítmica S-N en la figura 6. Se han incluido los datos experimentales obtenidos por los autores y el ajuste medio realizado de los mismos. Para estos datos, el valor de la tensión corresponde a la amplitud de tensión cíclica (tensión máxima menos tensión mínima). Además, se incluyen las curvas S-N obtenidos por la Royal Aeronautical Society [10], mediante los ensayos de flexión rotativa (rotating) y flexión alterna (reversed), para la misma aleación y tipo de tratamiento de anodizado. En este caso los valores de la tensión corresponden a la tensión máxima y a la tensión alterna respectivamente.

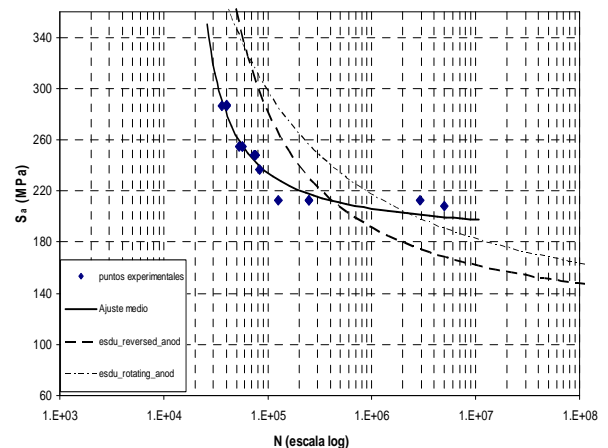


Figura 6. Curvas S-N para la aleación de aluminio 7075-T6 anodizada en sulfúrico, obtenida mediante diferentes ensayos mecánicos de fatiga.

De estos datos se observa que la respuesta a fatiga del ensayo de flexión en cuatro puntos es inferior a la obtenida mediante los ensayos de flexión rotativa y alterna. Los valores más altos de resistencia se obtienen en el ensayo de fatiga en flexión rotativa. Con respecto al límite de fatiga, la tendencia cambia. El ensayo de fatiga en flexión en cuatro puntos eleva el valor de la tensión mínima por encima de los otros dos ensayos, lo que significa que el material soporta mayor nivel de tensión sin que se produzca el fallo por fatiga.

En la tabla 2 se incluyen los puntos de Maennig de probabilidad del 1%, 50% y 99% de fractura para el rango de vida finita (RVF) y de transición (RT) de los datos experimentales.

Tabla 2. Probabilidades de fractura obtenidas mediante la metodología Maennig.

	1%		50%		99%	
	N (ciclos)	S (MPa)	N (ciclos)	S (MPa)	N (ciclos)	S (MPa)
RVF	49.146	255.00	55.663	255.00	61.950	255.00
	32.272	286.33	38.649	286.33	45.127	286.33
	71.469	248.00	74.006	248.00	76.258	248.00
RT	5.0E+06	164.70	5.0E+06	193.11	5.0E+06	221.42

Según estos datos el límite de fatiga para una probabilidad del 50% de fractura es de 193 MPa.

5.3 Análisis fractográfico

La rotura de fatiga se inicia en la fibra inferior de la muestra entre los puntos de apoyo. El análisis de las imágenes obtenidas al microscopio electrónico de barrido (SEM) indica que la grieta se inicia en un extremo de la chapa de aluminio y progresa en la dirección del laminado hasta el extremo opuesto. En la figura 7 se muestra la zona correspondiente al origen de la grieta y posterior avance, tanto hacia el interior del material como a lo largo de la sección transversal. En esta imagen además se aprecia la orientación de los granos en el laminado de la aleación. En la figura 8 se muestra esta misma zona ampliada a 4000 aumentos, donde se observan las estrías de fatiga.

La figura 9 es una imagen de la superficie opuesta a la del avance de la grieta. El aspecto de la superficie de rotura es dúctil con cavidades alargadas en la dirección del laminado, características de las solicitaciones de desgarro, que se producen cuando comienza a abrirse la grieta. La figura 10 corresponde a la zona final de la fractura, el carácter dúctil de la rotura es de más intensidad. En la imagen a mayores aumentos de esta zona, mostrada en la figura 11, se observa que la rotura está asociada a la formación de microhuecos, por deformación plástica. Tanto el tamaño, como la

densidad de las cavidades aumentan con respecto a la zona previa, mostrada en la figura 10.

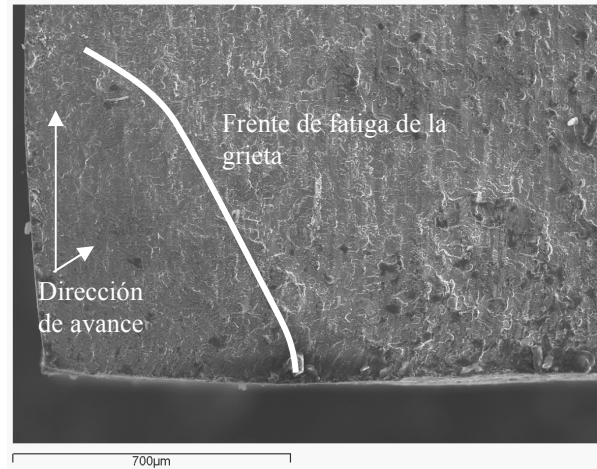


Figura 7. Origen de la grieta de fatiga

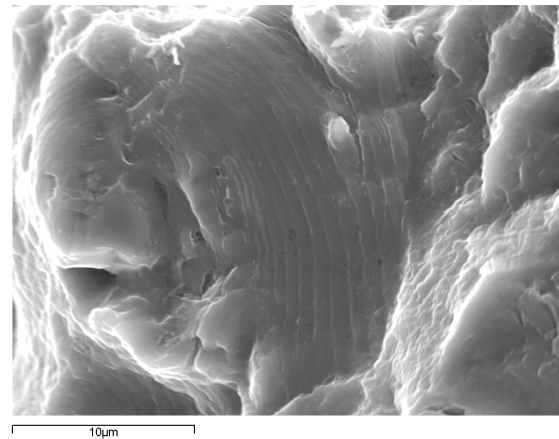


Figura 8. Estrías de fatiga.

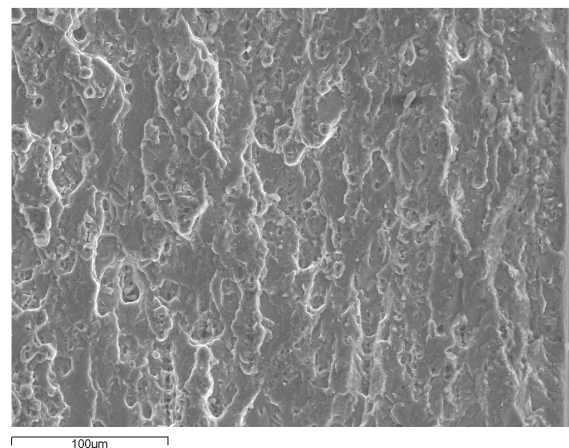


Figura 9. Superficie opuesta a la propagación de la grieta en la zona intermedia de la probeta.

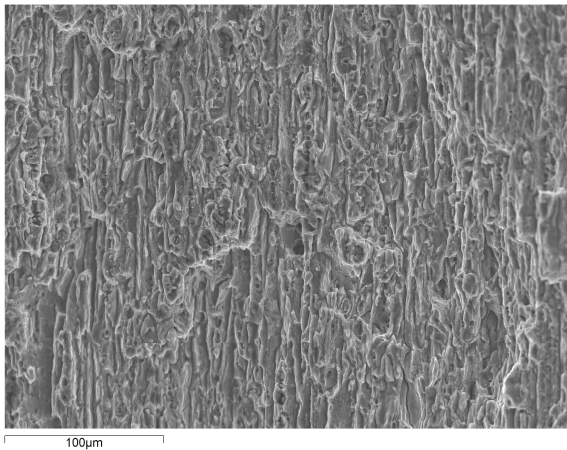


Figura 10. Superficie opuesta a la propagación de la grieta en el extremo final de la probeta.

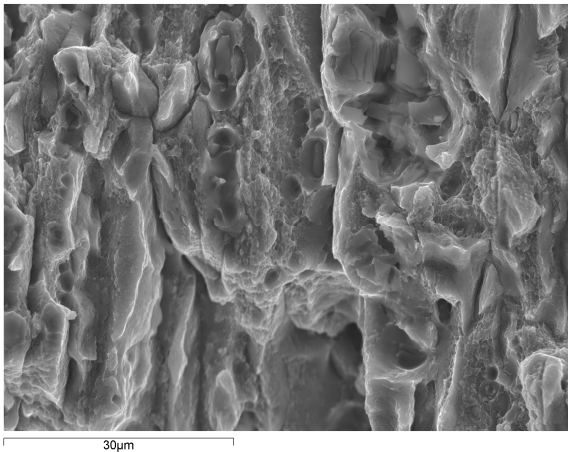


Figura 11. Imagen ampliada de la rotura final.

CONCLUSIONES

- Los valores máximos de tensión con los que se ha trabajado en fatiga corresponden a un 50 % de la tensión del límite proporcional del ensayo estático.
- Se define un criterio de fallo asociado con la variación de la flexibilidad de carga.
- En el ensayo de fatiga en flexión en cuatro puntos la grieta se propaga por la fibra inferior de la muestra y ligeramente hacia el interior hasta que finalmente la rotura ocurre por desgarro.
- La resistencia a fatiga obtenida en el ensayo de fatiga en flexión en cuatro puntos es inferior a la que se obtiene mediante los ensayos de flexión rotativa y alterna. En cambio, los valores del límite de fatiga son muy superiores con respecto a estos mismos ensayos.

AGRADECIMIENTOS

Los autores desean agradecer al proyecto de la Xunta PGIDT 05PXIA11801PR por la financiación recibida.

REFERENCIAS

- [1] Rolfe S.T. and Barsom, J.M." Fracture & Fatigue control in structures", Prentice Hall, NJ, 1977.
- [2] Prevey, P.S and Koster W.P. ASTM STP 520, 1973, pp. 522-531
- [3] S.J. García-Vergara, K. El Khazmi, P. Skeldon, G.E. Thompson, Corrosion Science, vol.48 (10) (2006), 2937-2946.
- [4] A. Monsalve, M. Páez, M. Toledano et al. "S-N-P curves in 7075 T7351 and 2024 T3 aluminium alloys subjected to surface treatments". Fatigue Fract. Engng. Mater. Struct. 30, 2007, 748-758.
- [5] A. Monsalve, M. Páez, M. Toledano et al. "Determinación de las curvas S-N-P en la aleación de aluminio 7075-T7351 sometida a tratamiento superficial de anodizado". Anales de Mecánica de la Fractura, vol. 26, 2004.
- [6] E.H. Hollingsworth, H.Y. Hunsicker, "Corrosion and Corrosion Protection Handbook", Eds. Schweitzer, A. Philip. 1983, pp. 135-137.
- [7] Bystritskii V., E. Gartae, J. Earthman, et al. "Fatigue properties of 2024-T3, 7075-T6 aluminum alloys modified using plasma-enhanced ion beams". Theor. Applied Fracture Mechanics, 32 (1999), 47-53.
- [8] T. Zhai, Y.G. Xu, J.W.Martin. Int. J. Fatigue, 1999, vol 21, pp. 889-894.
- [9] D6272-02. Standard test methods for flexural properties of unreinforced and reinforced plastics and electrical insulators materials by four-point bending.
- [10] Royal Aeronautical Society. EDU 87026. "Fatigue strength of anodised aluminium alloy".

NON PROPORTIONAL LOADING EFFECTS ON FATIGUE CRACK INITIATION AND CRACK GROWTH PATH

L. Reis¹, M. Freitas² and B. Li³

¹ Dept. Engenharia Mecânica, Instituto Superior Técnico, Technical University of Lisbon
Av. Rovisco Pais, 1049-001 Lisboa, Portugal
E-mail: lreis@ist.utl.pt
Tfno: 351 218417481 Fax: 351 218147915

² Dept. Engenharia Mecânica, Instituto Superior Técnico, Technical University of Lisbon
Av. Rovisco Pais, 1049-001 Lisboa, Portugal
E-mail: mfreitas@dem.ist.utl.pt
Tfno: 351 218417459 Fax: 351 218147915

³ Dept. Engenharia Mecânica, Instituto Superior Técnico, Technical University of Lisbon
Av. Rovisco Pais, 1049-001 Lisboa, Portugal
E-mail: bli@ist.utl.pt
Tfno: 351 218417481 Fax: 351 218147915

RESUMEN

Os componentes e as estruturas na indústria estão, na maioria das situações, submetidos a estados de tensão multiaxial. Existem vários modelos sobre fadiga multiaxial propostos na literatura. Uma eficiente análise em fadiga de componentes e estruturas submetidas a carregamento multiaxial requer a validação de modelos e abordagens apropriadas. Neste artigo são apresentados o trabalho experimental e teórico realizados sobre o comportamento mecânico do aço estrutural DIN42CrMo4, temperado e revenido, em fadiga multiaxial. Os ensaios foram realizados utilizando uma máquina servo-hidráulica biaxial. Foram consideradas diversas trajetórias de carregamento, compostas por tracção/torção cíclicas com diferentes rácios entre a componente normal e de corte. Posteriormente os resultados experimentais obtidos em fadiga são analisados e correlacionados por um parâmetro de fadiga, o qual avalia o dano por fadiga num novo espaço de tensão de corte. Foram ainda utilizados modelos de plano crítico para correlacionar os resultados obtidos na medição da orientação dos planos de iniciação de fenda. Os resultados mostram uma forte influência dos parâmetros estudados das trajetórias de carregamento na vida a fadiga e na orientação dos planos de iniciação de fenda.

ABSTRACT

Components and structures in industry are generally subjected to multiaxial stress states. There are many multiaxial fatigue models proposed in the literature. For efficient computational fatigue analysis of components and structures, it is required to carry out further validations of multiaxial fatigue models and appropriate approaches for shear stress evaluation under service loading conditions. In this paper, multiaxial fatigue tests were carried out on a quenched and tempered low alloy steel (DIN 42CrMo4) for a wide range of loading paths of tension and torsion. A large number of tests are available for the analysis of the influence of the loading paths on crack initiation, crack path growth and life prediction. Critical plane approaches were used to correlate the results of the experimental tests with the prediction of the crack path orientation and life tests. Results show a strong influence of the studied parameters chosen for the loading paths on fatigue life and crack initiation and are discussed in this paper taking into account the evolution of the stress-strain due to the loading path.

PALABRAS CLAVE: Multiaxial fatigue models, Fatigue strength, Life prediction, Crack path, Crack initiation.

1. INTRODUCTION

Most engineering components are subjected to multiaxial states of stress and strain due to the presence of stress raisers such as notches or holes. Moreover, components such as crankshafts, propeller shafts, vehicle axles, shafts of flywheels, and structures such as submarine hulls and pressure vessels undergo multiaxial fatigue loading resulting in biaxial and triaxial stress

states. Therefore, growing research efforts have been paid to study the cyclic deformation behavior and fatigue life prediction of engineering materials and components under multiaxial loading conditions. In addition to the study on the fatigue life, a recent trend is to study the crack growth orientation, since the prediction of potential crack path as well as fatigue lifetime is very important for safety evaluations and failure mode analyses.

In real engineering structures, there are many factors influencing the fatigue crack paths, such as the material type (microstructure), structural geometry and loading path, etc. It is widely believed that fatigue crack nucleation and early crack growth are caused by cyclic plasticity.

For efficient computational fatigue analysis of components and structures, it is required to carry out further validations of multiaxial fatigue models and appropriate approaches for shear stress evaluation under service loading conditions [1].

For structural steels, the shear stress amplitude is one of the important parameters in the formulations of multiaxial fatigue damage models. Conventionally, the shear stress amplitude was usually evaluated in the shear stress space based on the von Mises equivalence ($\tau = \sigma / \sqrt{3}$) or the maximum shear stress equivalence ($\tau = \sigma / 2$) for the multiaxial loading conditions. However, the relationship of the equivalent shear stress related to the axial stress component may vary significantly depending on the type of the material. For example, the ratio of the torsion fatigue limit over the bending fatigue limit τ_{-1} / σ_{-1} varies from 0.5 for mild metals to 1 for brittle metals [2].

This paper presents data from multiaxial fatigue tests that were carried out on a quenched and tempered low alloy steel for a wide range of loading paths of tension and torsion. For each loading path the following parameters were changed: in phase and out of phase loading, sinusoidal, triangular and square waves and non-proportionality between tension and torsion.

A large number of tests are therefore available for the analysis of the influence of the loading paths on crack initiation, crack path growth and life prediction. Critical plane approaches (either stress based or strain based approaches) were used to correlate the results of the experimental tests with the prediction of the crack path orientation and life tests.

Results show a strong influence of the studied parameters of the loading paths on fatigue life and crack initiation and are discussed in this paper taking into account the evolution of the stress-strain due to the loading path.

2. MATERIAL DATA, SPECIMEN FORM AND TEST PROCEDURE

The DIN42CrMo4 quenched and tempered high strength steel is the material used in this work. The chemical composition is shown in table 1. Monotonic and cyclic mechanical properties are shown in table 2 (cyclic properties obtained by fitting the test results). The geometry and dimensions of the specimen are shown in figure 1.

Table 1. Chemical composition of the material studied 42CrMo4 (in wt%)

C	Si	Mn	P	Cr	Ni	Mo	Cu
0.39	0.17	0.77	0.02	1.10	0.30	0.16	0.21

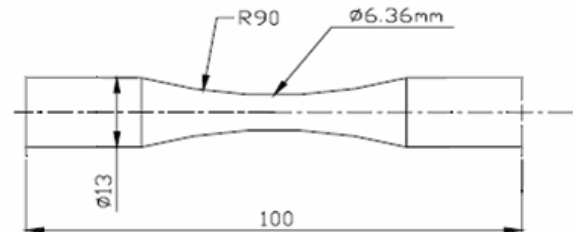


Figure 1. Specimen geometry for biaxial cyclic tension-compression with cyclic torsion tests

Table 2. Monotonic and cyclic mechanical properties of the studied material

Tensile strength	σ (MPa)	1100
Yield strength	$\sigma_{0.2, \text{monotonic}}$ (MPa)	980
Elongation	A (%)	16
Young's modulus	E (GPa)	206
Yield strength	$\sigma_{0.2, \text{cyclic}}$ (MPa)	540
Strength coefficient	K' (MPa)	1420
Strain hardening exponent	n'	0.12
Fatigue strength coefficient	σ_f' (MPa)	1154
Fatigue strength exponent	b	-0.061
Fatigue ductility coefficient	ϵ_f'	0.18
Fatigue ductility exponent	c	-0.53

Tests of biaxial cyclic tension-compression with cyclic torsion were performed by a biaxial servo-hydraulic machine, shown in figure 2. Test conditions were as follows: frequency 4-6 Hz at room temperature and laboratory air. Tests ended up when the specimens were completely broken.

To study the effects of the multiaxial loading paths and in particular both the effect of axial component and the effect of torsional component on the fatigue life, a series of loading paths were applied in the experiments as shown in tables 3 and 4. For each loading path the following parameters were changed: in phase and out of phase loading, sinusoidal, triangular and square waves and non-proportionality between tension and torsion.

Table 3. Reference multiaxial fatigue loading paths

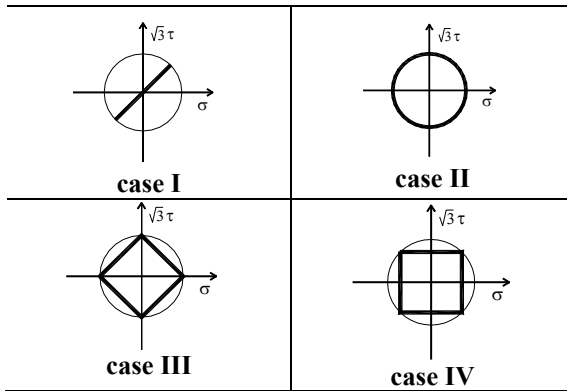


Table 4. Variations of the reference multiaxial fatigue loading paths

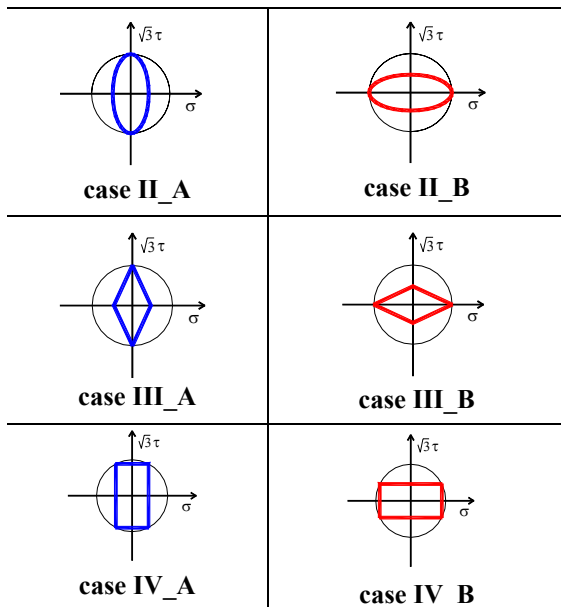


Figure 2. Biaxial testing machine (Instron 8874)

3. THEORETICAL ANALYSIS OF FATIGUE LIFE AND CRACK INITIATION

Many multiaxial fatigue models have been proposed in the last decades [1]. Among several parameters and constants, the shear stress amplitude is one of the most important parameters in the formulations of the multiaxial fatigue damage models, in high cycle fatigue regime. Considering the orientation of the potential crack initiation plane, critical plane models are used to analyze it.

3.1. Equivalent stress range of ASME code

The ASME Boiler and Pressure Vessel code Procedure [4] is based on the von Mises hypothesis, but employs the stress difference $\Delta\sigma_i$ between two arbitrary instants t_1 and t_2 :

$$\Delta\sigma_{eq} = \frac{1}{2\sqrt{2}} \left\{ (\Delta\sigma_x - \Delta\sigma_y)^2 + (\Delta\sigma_y - \Delta\sigma_z)^2 + (\Delta\sigma_z - \Delta\sigma_x)^2 + 6(\Delta\tau_{xy}^2 + \Delta\tau_{yz}^2 + \Delta\tau_{xz}^2) \right\}^{1/2} \quad (1)$$

where the equivalent stress range $\Delta\sigma_{eq}$ is maximized with respect to time.

Eq. (1) produces a lower equivalent stress range, for some conditions, in out-of-phase than the in-phase loading, leading an increase of the fatigue life, which is in contradiction with experimental results.

3.2. MCE approach for evaluating shear stress amplitude

Among many multiaxial models, the Sines [5] and the Crossland [6] are two important criteria, which are formulated by the amplitude of the second deviatoric stress invariant and the hydrostatic stress P_H :

$$\sqrt{J_{2,a}} + k(N)P_H = \lambda(N) \quad (2)$$

where $k(N)$ and $\lambda(N)$ denote material parameters for a given life N .

Crossland suggested using the maximum value of the hydrostatic stress $P_{H,max}$ instead of the mean value of hydrostatic stress $P_{H,m}$ used by Sines in the Eq.(2). A physical interpretation of the criterion expressed in Eq.(2) is that for a given cyclic life N , the permissible amplitude of the root-mean-square of the shear stress over all planes is a linear function of the normal stress averaged over all planes. Besides, from the viewpoint of computational efficiency, the stress-invariant based approach such as Eq. (2) is easy to use and computationally efficient.

In practical engineering design, the Sines and Crossland criteria have found successful applications for proportional multiaxial loading. For non-proportional multiaxial loading, it has been shown that the Sines and Crossland criteria can also yield better prediction results

by using improved method MCE for evaluating the effective shear stress amplitude of the non-proportional loading path.

The evaluation of shear stress amplitude is a key issue for fatigue estimations using Eq. (2). The definition of the square root of the second invariant of the stress deviator is:

$$\sqrt{J_2} \equiv \sqrt{\frac{1}{6} \{ (\sigma_{xx} - \sigma_{yy})^2 + (\sigma_{yy} - \sigma_{zz})^2 + (\sigma_{zz} - \sigma_{xx})^2 \}} + \sqrt{\{ (\sigma_{xy})^2 + (\sigma_{yz})^2 + (\sigma_{zx})^2 \}} \quad (3)$$

One direct way to calculate the amplitude of $\sqrt{J_2}$ is:

$$\sqrt{J_{2,a}} \equiv \sqrt{\frac{1}{6} \{ (\sigma_{xx,a} - \sigma_{yy,a})^2 + (\sigma_{yy,a} - \sigma_{zz,a})^2 + (\sigma_{zz,a} - \sigma_{xx,a})^2 \}} + \sqrt{\{ (\sigma_{xy,a})^2 + (\sigma_{yz,a})^2 + (\sigma_{zx,a})^2 \}} \quad (4)$$

Eq.(4) is applicable for proportional loading, where all the stress components vary proportionally. However, when the stress components vary non-proportionally (for example, with phase shift between the stress components), Eq.(4) gives the same result with that of proportional loading condition. In fact, the non-proportionality has influence on the shear stress amplitude generated by multiaxial loading. Therefore, a new methodology is needed.

The longest chord (LC) approach is one of the well-known approaches as summarized by Papadopoulos [2], which defines the shear stress amplitude as half of the longest chord of the loading path, denoted as $D/2$.

The MCC approach [2] defines the shear stress amplitude as the radius of the minimum circle circumscribing to the loading path. On the basis of MCC approach, a new approach, called the minimum circumscribed ellipse (MCE) approach [3], was proposed to compute the effective shear stress amplitude taking into account the non-proportional loading effect. The load traces are represented and analyzed in the transformed deviatoric stress space, where each point represents a value of $\sqrt{J_2}$ and the variations of $\sqrt{J_2}$ are shown during a loading cycle. The schematic representation of the MCE approach and the relation with the minimum circumscribed circle (MCC) approach are illustrated in figure 3:

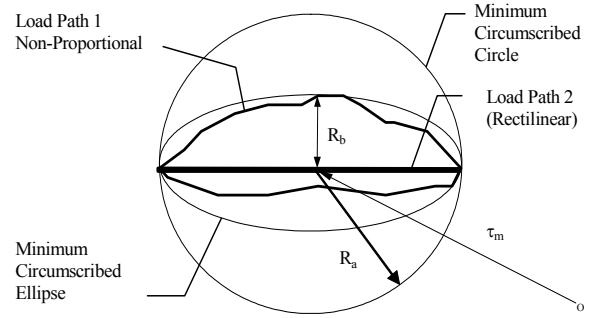


Figura 3. The MCC and MCE circumscribing to shear stress traces, R_a and R_b are the major and minor radius of MCE, respectively.

The idea of the MCE approach is to construct a minimum circumscribed ellipse that can enclose the whole loading path throughout a loading block in the transformed deviatoric stress space. Rather than defining $\sqrt{J_{2,a}} = R_a$ by the minimum circumscribed circle (MCC) approach, a new definition of was proposed [3], where R_a and R_b are the lengths of the major semi-axis and the minor semi-axis of the minimum circumscribed ellipse respectively.

The ratio of R_b/R_a represents the non-proportionality of the shear stress path. The important advantage of this new MCE approach is that it can take into account the non-proportional loading effects in an easy way.

As shown in figure 3, for the non-proportional loading path 1, the shear stress amplitude is defined as:

$$\sqrt{J_{2,a}} = \sqrt{R_a^2 + R_b^2} \quad (5)$$

For the proportional loading path 2, it is defined as $\sqrt{J_{2,a}} = R_a$ since R_b is equal to zero (rectilinear loading trace).

3.3. Critical plane approaches for evaluating crack plane orientation

For the biaxial loading cases shown in Tables 3 and 4, the potential crack plane orientation is analyzed by various critical plane models and energy-based critical plane models, such as the Findley, the Brown-Miller, the Fatemi-Socie, the Smith-Watson-Topper and the Liu's criteria. Since the damage parameter formulations of some of the models (the Findley, the Brown-Miller and the Fatemi-Socie) require material dependent parameters, experiments were carried out firstly to determine the material dependent parameters for both materials, which are applied in the theoretical analyses of the crack plane orientations in this section. These models are well-known [1, 7] and due to space limitation of this paper are not presented here.

4. RESULTS AND DISCUSSIONS

4.1. Experimental cyclic stress-strain behavior under proportional and non-proportional loading with von Mises parameter

Proportional and non-proportional cyclic tests were conducted in the plane (σ , $\sqrt{3}\tau$). Non-proportional cyclic tests were conducted with the square, rectangle up and rectangle down, circle, ellipse down, ellipse up, losange, losange up and losange down loading paths, respectively (see tables 3 and 4). Figures 4 and 5 show the evolution of experimental life with equivalent von Mises stress parameter for cases I, II, II_A, II_B, III, III_A and III_B.

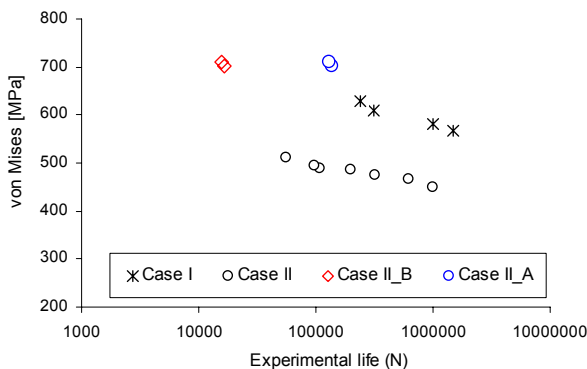


Figure 4. Evolution of experimental life with equivalent von Mises stress: cases I, II, II_A and II_B

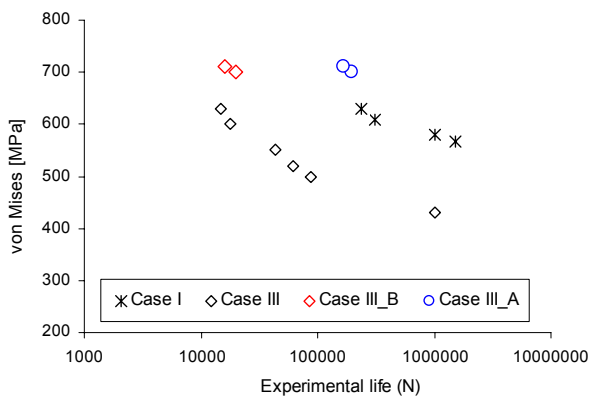


Figure 5. Evolution of experimental life with equivalent von Mises stress: cases I, III, III_A and III_B

From figures 4 and 5 it is shown that the von Mises parameter gives a big scatter when correlating the experimental results. In both pictures, it seems that there's two tendencies, one for proportional loading, case I, with cases II_A and III_A (strong torsional component) and another one with cases II, III, II_B and III_B (strong axial component). It can also be observed that cases II_A and III_A are the least severe together with the proportional case I. This means that a greater torsional component, as compared with the axial one, has not so strong influence in the fatigue life strength.

4.2. Experimental cyclic stress-strain behavior under proportional and non-proportional loading with new fatigue parameter

In order to get better correlations, the new shear stress space parameter with the equivalence $\tau=0.65*\sigma$ is used for the shear stress amplitude evaluations under multiaxial loading conditions. The parameter ($Ta+Sig_h$) is obtained from Eq. (2) with the shear stress amplitude calculated from Eq. (5).

Figure 6 present all the results obtained from the variations of the reference multiaxial fatigue loading paths. It can be observed that there's a good correlation between the data. The present work is part of continuous research in this matter and these results give some confidence in the upcoming work.

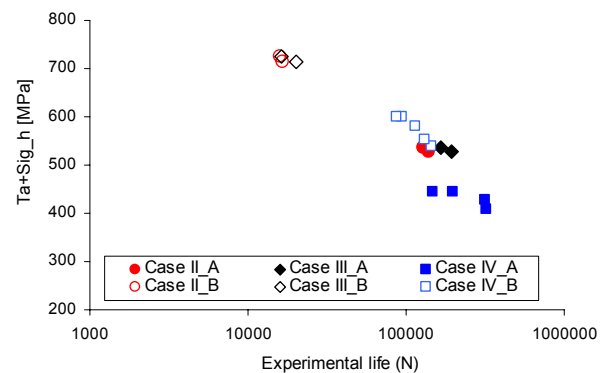


Figure 6. Evolution of the new fatigue parameter with experimental life: cases II_A, II_B, III_A, III_B, IV_A and IV_B

4.2. Fractographic analyses of the fatigue failure plane orientations

Fractographic analysis of the macroscopic plane of crack initiation and early crack growth were carried out, using an optical microscope at a magnification between 10 and 100 times. Some of the specimens were also analysed in the SEM microscope. The measurement of the crack initiation plane orientation was carried out as follows: firstly, the crack initiation was identified, as indicated by a white arrow on the left side in Figure 7; then, the specimen was analysed in a 3D measurement device and the angle between the crack initiation plane and the longitudinal axis was accurately measured, as shown on the right side of Figure 7. This procedure and one example for each loading path are shown in figure 7.

The measured values of the crack orientations are presented in Table 5. For the predictions of crack orientations and early growth investigated in this paper, the shear-based models (Brown-Miller, Findley, Wang-Brown, Fatemi-Socie and Liu II) must be analysed.

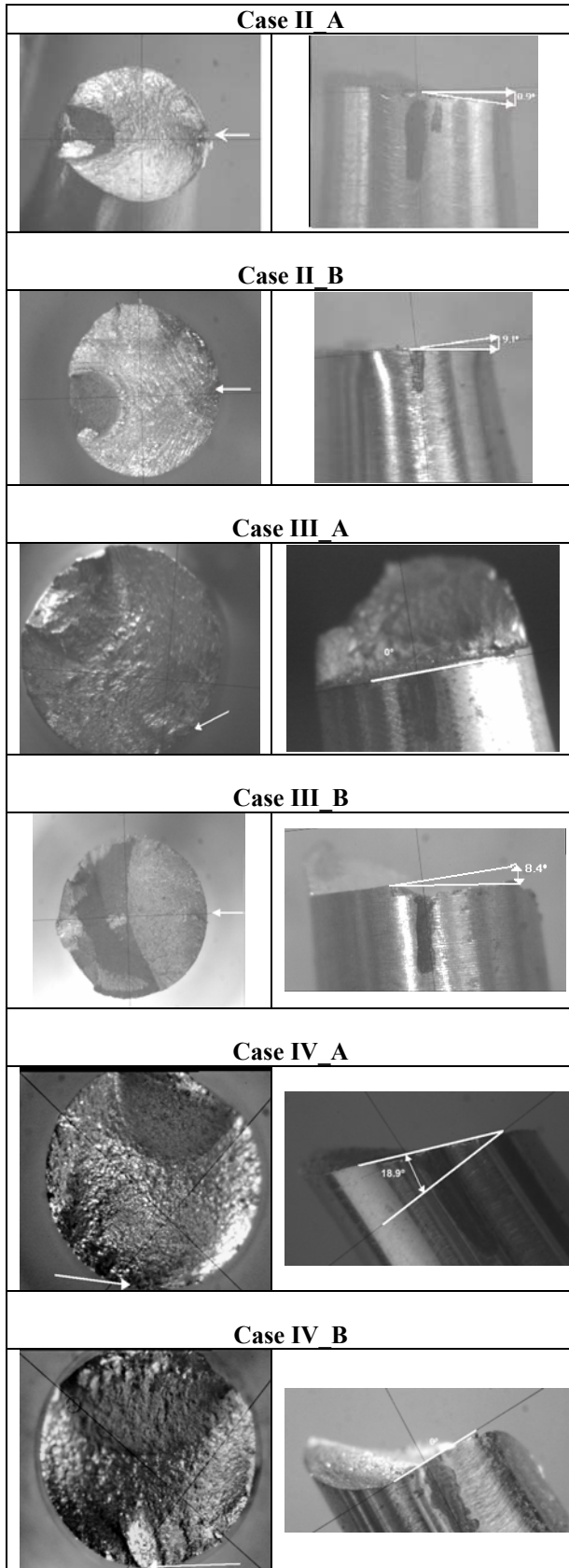


Figure 7. Fractographic analyses of the fatigue failure plane orientations for each type of loading path.

Table 5. Comparison of the measured crack plane with predictions by the critical planes

	Multiaxial Loading Paths					
	Case II A	Case II B	Case III A	Case III B	Case IV A	Case IV B
Measured	7.8°	18.9°	3.85°	4.2°	15.2°	11.6°

From the results shown it is observed that the non proportionality between tension and torsion components has a strong influence on crack plane orientation, despite they have an equivalent loading path. Further studies are being carried out on this subject.

5. CONCLUSIONS

Experimental results of multiaxial loading show that the ratio between normal stress component and shear stress component has a strong influence to fatigue damage and consequently in fatigue life.

The shear stress space used for the evaluation of the shear stress amplitude of multiaxial loading conditions should be appropriate for the material type.

The loading paths have a significant influence on the fatigue crack plane orientations.

ACKNOWLEDGEMENTS

Financial support of this work by FCT - Fundação para Ciência e Tecnologia (Portuguese Foundation for Science and Technology) is gratefully acknowledged.

REFERENCES

- [1] Socie D. F. and Marquis G. B. Multiaxial Fatigue, SAE, Warrendale, PA 15096-0001, 2000.
- [2] Papadopoulos, I.V., Davoli, P., Gorla, C., Fillipini, M. and Bernasconi, A. A comparative study of multiaxial high-cycle fatigue criteria for metals. IJF, Vol. 19, N°3, pp. 219-235.
- [3] M. de Freitas, B. Li and J.L.T. Santos, Multiaxial Fatigue and Deformation: Testing and Prediction, ASTM STP 1387, S. Kaluri and P.J. Bonacuse, Eds., ASTM, West Consh, 2000, PA, pp.139-156.
- [4] ASME Code Case N-47-23 (1988) Case of ASME Boiler and Pressure Vessel Code, ASME.
- [5] Sines, G., (1959) Metal Fatigue, (edited by G. Sines and J.L. Waisman), McGraw Hill, N.Y, pp.145-169.
- [6] Crossland, B., (1956) Proc. Int. Conf. on Fatigue of Metals, Inst. of Mech. Eng, London, pp.138-149.
- [7] L. Reis, B. Li and M. de Freitas. Validation of multiaxial fatigue models for structural steels. Proc. of "XXII ENCUESTRO DEL GRUPO ESPAÑOL DE FRACTURA", Almagro, Espana, Vol. 22, pp. 347- 352, 9-11 de Março de 2005.

CALCULO DE TENSIONES EN ESTRUCTURAS MEDIANTE ANÁLISIS MODAL OPERACIONAL

Pelayo Fernández¹, M. López Aenlle¹, R. Brincker², A. Fernández Canteli¹, A. Sendín Alvarez¹

¹ Departamento de Construcción e Ingeniería de Fabricación. Universidad de Oviedo.

Campus de Viesques, s/n, 33203 - Gijón, España.

e-mail: aelle@uniovi.es

Tfno: 985152057. Fax: 985182055

² Department of Building Technology and Structural Engineering.

Aalborg University, Sohngaardsholmsvej, 57, 9000, Denmark.

RESUMEN

En el dimensionamiento y predicción de vida a fatiga de estructuras, las tensiones que se producen en cada punto de la misma son una de las principales fuentes de incertidumbre. Esto se debe a la dificultad de estimar con precisión las propiedades de rigidez, masa y amortiguamiento, así como a la simplificación de los modelos utilizados en las hipótesis de carga. En este trabajo se presenta una metodología que permite mejorar la fiabilidad en el análisis a fatiga utilizando análisis modal operacional para estimar las tensiones presentes en cada punto de la estructura. Para ello se necesitan los parámetros modales de la estructura, estimados mediante identificación modal y las respuestas, generalmente de aceleración, en puntos discretos de la misma. La metodología se aplica a una barra de acero S275 dispuesta en voladizo. Las tensiones estimadas mediante el método propuesto se comparan con las tensiones obtenidas experimentalmente a partir de las deformaciones en la barra, registradas mediante galgas extensométricas dispuestas al efecto.

ABSTRACT

In the fatigue design and life prediction of structures, the stresses at each point are one of the main sources of uncertainty. This is due to the difficulty of estimating the stiffness, mass and damping properties with accuracy, as well as the use of simplified load models. In this work, a methodology to improve the fatigue design reliability using operational modal analysis to estimate the stress time-histories is presented. The modal parameters of the structure, estimated by operational modal analysis and the responses, usually acceleration, corresponding to several degrees of freedom, are needed. The methodology was applied to a steel S275 cantilever beam. The stresses estimated with the proposed method are compared with those obtained from the experimental strains recorded using strain gages attached to some points of the the beam.

PALABRAS CLAVE: Análisis modal, fatiga, cálculo de tensiones.

1. INTRODUCCIÓN

La caracterización del material a fatiga y las tensiones reales que se producen en cada punto de la estructura, son las dos fuentes principales de incertidumbre en el dimensionamiento a fatiga [1].

En lo que se refiere a las tensiones, las principales fuentes de error son, por un lado, las propiedades dinámicas de la estructura y, por otro, la utilización de modelos simplificados que no reflejan adecuadamente las cargas reales, de carácter aleatorio y amplitud variable, que actúan sobre la estructura.

El análisis modal es una herramienta utilizada en ingeniería mecánica y en ingeniería estructural para la caracterización dinámica, monitorización, etc. En medianas y grandes estructuras se utiliza principalmente el análisis modal con excitación natural, conocido también como análisis modal operacional [2].

Dos aplicaciones potenciales del análisis modal son la determinación de la historia de tensiones en cualquier punto de la estructura y la estimación de la carga que actúa sobre la misma.

El campo de tensiones existente en cada punto de la estructura, se puede estimar utilizando los parámetros modales de la estructura (frecuencias naturales, modos de vibración y amortiguamiento) obtenidos mediante análisis modal y los desplazamientos registrados en puntos discretos de la misma [3]. El cálculo de las tensiones se suele realizar utilizando un modelo de elementos finitos. Generalmente, existen discrepancias entre los parámetros modales obtenidos de forma experimental y los calculados numéricamente, por lo que el modelo numérico debe ser readaptado.

2. ANALISIS MODAL OPERACIONAL (OMA)

El análisis modal operacional (OMA) es una técnica adecuada para la estimación de parámetros modales en un amplio abanico de aplicaciones, principalmente grandes estructuras. La diferencia principal con el análisis modal tradicional radica en que no es necesario conocer las cargas que se aplican sobre la estructura para estimar los parámetros modales.

Los ensayos se llevan a cabo midiendo las respuestas de la estructura (aceleraciones) bajo las condiciones de servicio de la misma, como por ejemplo, cargas de viento, oleaje, cargas de tráfico, etc. En el caso de ensayos en laboratorio, se utilizan cargas artificiales de naturaleza aleatoria que simulen las condiciones reales de trabajo de la estructura.

Uno de los inconvenientes del análisis modal operacional es la imposibilidad de determinar los factores de escala de los modos de vibración. En los últimos años se han desarrollado técnicas alternativas para el cálculo de estos factores en estructuras [4, 5], basadas en la modificación del comportamiento dinámico añadiendo masas en puntos discretos de la estructura.

3. METODOLOGÍA DE ESTIMACION DE TENSIONES.

La metodología que se propone en este trabajo para la estimación de tensiones, se aplica a estructuras de barras y combina los resultados proporcionados por ensayos experimentales, con los obtenidos mediante un modelo de elementos finitos de la estructura. El proceso a seguir se muestra a continuación.

3.1. Análisis modal

El proceso de estimación de tensiones comienza con la determinación de los parámetros modales de la estructura (frecuencias naturales, ω , modos de vibración, Φ , e índices de amortiguamiento, ζ) mediante análisis modal operacional. Para ello se procede al registro de las aceleraciones producidas en puntos discretos de la estructura debidas a una carga de carácter aleatorio.

Los parámetros modales se estiman aplicando técnicas de identificación modal como son: la descomposición en el dominio de la frecuencia (FDD) [6, 7] y los métodos de identificación de subespacios estocásticos (SSI) [8].

3.2. Factores de escala de los modos de vibración

En este trabajo, los factores de escala se han determinado siguiendo el método de cambio de masa [9, 10], y mediante la ecuación:

$$\alpha = \sqrt{\frac{\omega_0^2 - \omega_1^2}{\omega_1^2 \cdot \Phi^T \Delta M \Phi}}$$

siendo ω_0 y ω_1 las frecuencias de la estructura inicial y de la resultante tras realizar el cambio de masa, respectivamente, Φ los modos sin escalar y ΔM la matriz de cambio de masa.

3.3. Readaptación y expansión de los modos de vibración

En esta etapa, el modelo de elementos finitos de la estructura debe ser readaptado, al objeto de minimizar las discrepancias entre los parámetros modales del modelo numérico y los obtenidos por vía experimental [11].

A partir de los modos de vibración Φ_{Dexp} obtenidos experimentalmente, y de los modos numéricos, Φ_{Dnum} , se determina una matriz A tal que:

$$\Phi_{Dexp} = \Phi_{Dnum} A$$

donde en los modos de vibración numéricos sólo se utilizan los grados de libertad que corresponden a los modos medidos experimentalmente.

Los modos experimentales expandidos a todos los grados de libertad, Φ_{Exp} , se obtienen mediante la expresión:

$$\Phi_{Exp} = \Phi_{Num} A$$

donde Φ_{Num} son los modos de un modelo numérico de la estructura con todos los grados de libertad, es decir, considerando tanto los correspondientes a los desplazamientos como a los giros.

Debe tenerse en cuenta que con esta metodología no es necesario conocer las frecuencias naturales ni los índices de amortiguamiento de cada modo de vibración. Esta información va implícita en las coordenadas modales correspondientes.

3.4. Cálculo de las coordenadas modales en desplazamiento.

Las coordenadas modales en desplazamiento en función del tiempo, $q(t)$, se calculan a partir de las aceleraciones medidas experimentalmente. El primer paso es obtener las coordenadas modales en aceleración, $\ddot{q}(t)$ mediante la relación:

$$\ddot{q}(t) = \Phi_{Dexp}^{-1} \ddot{u}_D(t) \quad (1)$$

en la que $\ddot{u}_D(t)$ son las aceleraciones registradas y Φ_{Dexp} es la matriz de modos experimentales.

Para el cálculo de las coordenadas en desplazamiento, $q(t)$, se pueden integrar las $\ddot{q}(t)$ en el dominio del tiempo mediante técnicas estándar o bien en el dominio de la frecuencia mediante la expresión:

$$q(\omega) = -\ddot{q}(\omega) / \omega^2$$

siendo $q(\omega)$ y $\ddot{q}(\omega)$ las coordenadas modales en desplazamiento y aceleración, respectivamente, en el dominio de la frecuencia.

Finalmente, las coordenadas modales $q(t)$ en el dominio del tiempo se determinan a través de la transformada inversa de Fourier.

3.5. Cálculo de tensiones

Cuando se utiliza el método de los elementos finitos (MEF) para el análisis de flexión en vigas, basándose en la teoría de Euler-Bernoulli, se tiene que para un elemento de clase C_1 de dos nudos (ver figura 1), la tensión en cualquier punto del mismo viene dada por la expresión:

$$\sigma(x) = E N_e''(x) u_e \quad (2)$$

donde E es el módulo de elasticidad del material, N_e el vector de funciones de forma, u_e el vector con los desplazamientos y giros en los nodos e y la distancia a la fibra neutra de la viga.

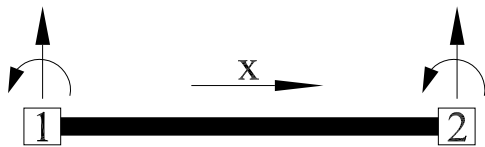


Figura 1. Elemento viga de dos nudos.

En el caso de análisis dinámico lineal mediante el método de superposición modal, los desplazamientos y giros de los nudos en función del tiempo, se pueden descomponer mediante la transformación:

$$u_e(t) = \Phi_e q(t) \quad (3)$$

donde Φ son los modos de vibración de la estructura y $q(t)$ las coordenadas modales. Sustituyendo (3) en (2) se obtiene la ecuación:

$$\sigma(x, t) = E N_e''(x) \Phi_e q(t) \quad (4)$$

que permite determinar las tensiones en cualquier punto del elemento.

4. ESTIMACIÓN DE TENSIONES: PARTE EXPERIMENTAL

La metodología propuesta en este trabajo se validó mediante ensayos realizados en una barra en voladizo de acero S-275, longitud 1875 mm y sección tubular rectangular 100x40x4 mm.

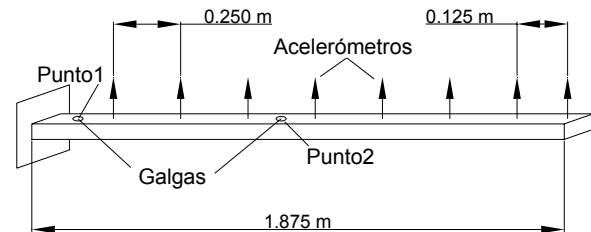


Figura 2. Colocación de acelerómetros y galgas en los ensayos.

Los ensayos modales se realizaron aplicando una carga aleatoria mediante impactos sucesivos en la viga con un martillo modal. Las respuestas en aceleración se registraron utilizando 8 acelerómetros Brüel & Kjær 4508B, dispuestos según se indica en la figura 2. Las aceleraciones se registraron con una tarjeta DSA 4472 PCI y la aplicación LabView, ambas de la firma Nacional Instruments.

Los parámetros modales de la barra se obtuvieron mediante la técnica de análisis modal operacional EFDD (descomposición en el dominio de la frecuencia) implementada en la aplicación ARTEMIS Extractor. En la figura 3 se puede ver la descomposición en valores singulares de las densidades espectrales de las señales de aceleración registradas, en la que se muestran los cinco primeros modos de vibración de flexión, que fueron los utilizados en este trabajo.

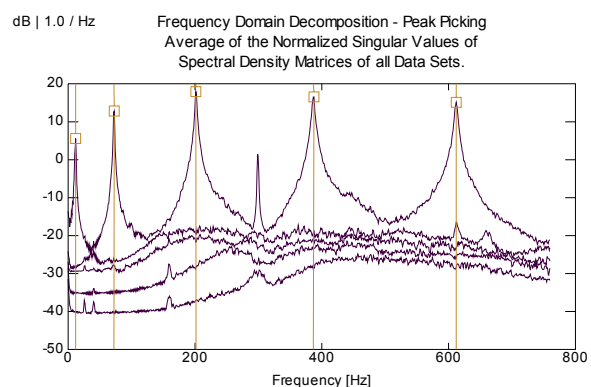


Figura 3. Estimación de los parámetros modales mediante la técnica EFDD.

Una vez obtenidos los parámetros modales de la barra, se procedió a obtener los factores de escala de la estructura, que permiten escalar adecuadamente los modos de vibración. Para ello se añadieron 7 masas a la barra [12] y se realizó un nuevo análisis modal.

Relacionando los parámetros modales originales con los modificados, se calculan los factores α .

En la tabla 1 se muestran los factores de escala, las frecuencias naturales experimentales de la barra, ω_0 , las frecuencias para un modelo numérico con empotramiento perfecto, ω_1 , así como las del modelo numérico con un empotramiento flexible, ω_2 .

Tabla 1. Factores de escala y frecuencias

MODO	1	2	3	4	5
F. de Escala	0.49	0.51	0.48	0.48	0.47
ω_0 (Hz)	11.40	72.62	201.5	386.7	611.9
ω_1 (Hz)	13.35	83.67	234.4	460.1	763.2
ω_2 (Hz)	10.20	69.90	204.5	412.3	694.6

Para la posterior comprobación de las tensiones estimadas, se instrumentó la barra con 2 galgas extensométricas, colocadas en los puntos 1 y 2 indicados en la figura 2. Se utilizaron bandas de 350 Ω y de 120 Ω con una configuración de cuarto de puente. El registro de las deformaciones se realizó de forma simultánea con el de las aceleraciones mediante un equipo de extensometría dinámica, VISHAY 2100, y la aplicación LabView.

Para el cálculo de las tensiones se realizó un ensayo de vibración libre registrándose las aceleraciones y deformaciones hasta que se detuvo el movimiento.

5. ANÁLISIS Y PRESENTACIÓN DE RESULTADOS

En la figura 4 se muestran las deformaciones registradas con las bandas extensométricas en el punto 1. En la figura 5 se muestra de forma ampliada la deformación correspondiente al primer segundo registrado.

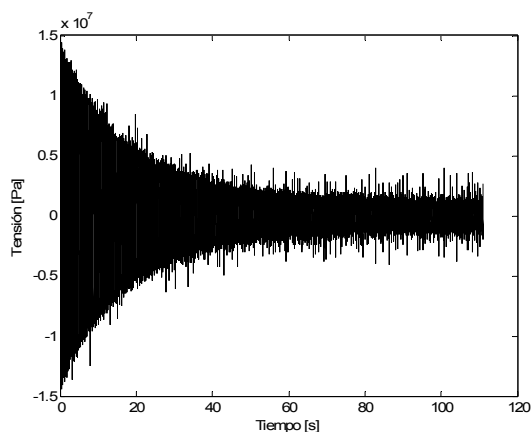


Figura 4. Tensiones en el punto 1 mediante extensometría.

Como se puede ver en las figuras, las tensiones son de naturaleza senoidal amortiguada, como es de esperar para este tipo de movimiento, predominando claramente el primer modo de vibración.

A partir de las señales de aceleración registradas, se procedió al cálculo de las coordenadas modales mediante el método descrito en el apartado 3. Así, tras aplicar (1) y pasar al dominio de la frecuencia se obtuvieron las coordenadas modales de aceleración, $\ddot{q}(\omega)$, representadas en la figura 6 y en la que se puede observar como la primera coordenada modal, $\ddot{q}_1(\omega)$, es la predominante. En la figura 6 se observa como el pico de la $\ddot{q}_1(\omega)$ (frecuencia de 11.40Hz) es 50 veces mayor el correspondiente a la segunda coordenada modal $\ddot{q}_2(\omega)$ (frecuencia de 72.62Hz). Para el resto de modos, las $q_i(\omega)$ respectivas son prácticamente despreciables.

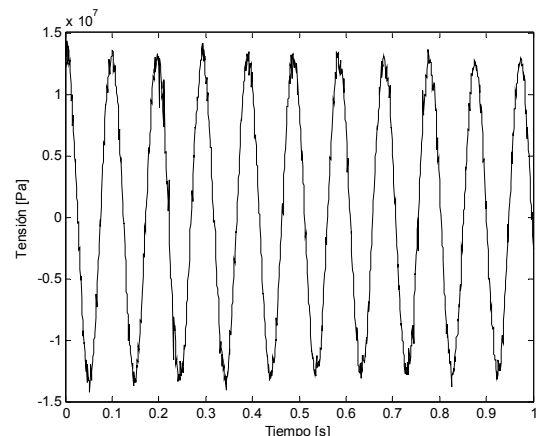


Figura 5. Tensiones en el punto 1 mediante extensometría.

Para evitar la amplificación del ruido presente en las señales de aceleración a frecuencias bajas durante el proceso de integración (al integrar en el dominio de la frecuencia se divide por ω^2), se aplicó un filtro FIR de tipo paso alto, con frecuencia de corte 8 Hz, a las coordenadas modales de aceleración.

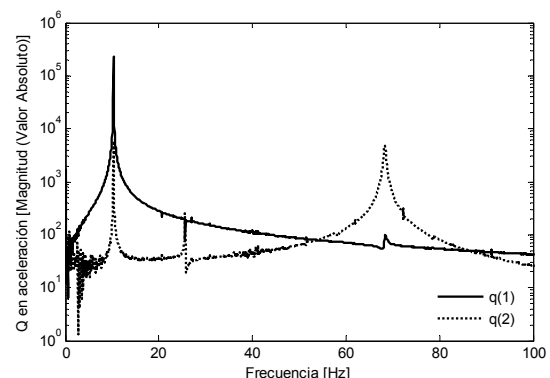


Figura 6. Coordenadas modales en aceleración. (Dominio de la frecuencia)

Las coordenadas modales en desplazamiento, $q(t)$, en el dominio del tiempo se obtuvieron mediante la transformada inversa de Fourier y se muestran en la figura 7. De nuevo se puede comprobar cómo la

magnitud de la primera coordenada modal, $q_1(t)$, es mucho mayor que las restantes $q_i(t)$.

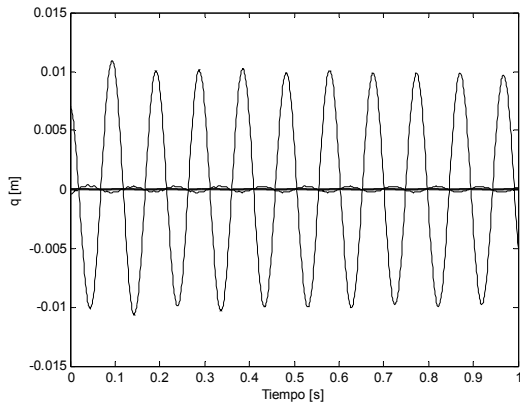


Figura 7. Coordenadas modales en desplazamiento durante los dos primeros segundos tras aplicar la carga.

Finalmente, se modelizó la barra en voladizo con 8 elementos tipo viga y se estimaron las tensiones mediante la ecuación (4).

Inicialmente, se consideró un modelo numérico con un empotramiento perfecto en la base, obviando la etapa de readaptación del modelo indicada en el apartado 3. En caso de no cumplirse esta condición, la rigidez del modelo numérico será mayor a la real y, en consecuencia, las tensiones estimadas serán mayores a las reales. En la figura 8 se muestran, para el punto 1, las tensiones estimadas y las medidas experimentalmente. En la comparación se puede ver como la magnitud de las tensiones estimadas es, aproximadamente, el doble de las experimentales.

Si se comparan las tensiones en el punto 2 se observa que las tensiones estimadas siguen siendo mayores pero la diferencia entre las dos es menor, figura 9, lo que corrobora la hipótesis de que los errores del modelo numérico están localizados en el empotramiento.

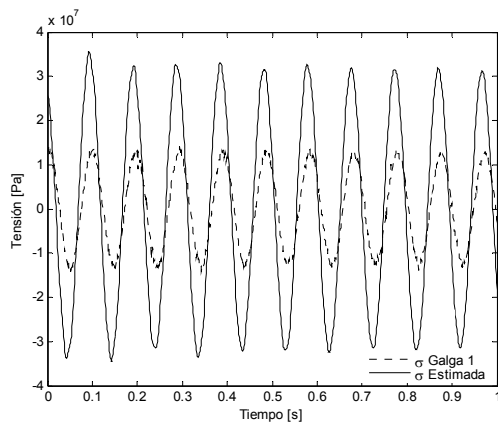


Figura 8. Comparación de tensiones experimentales y estimadas en el punto 1.

En el nuevo modelo numérico se introdujo un muelle a flexión en el empotramiento, cuya rigidez se determinó mediante técnicas de readaptación de modelos numéricos. Las tensiones estimadas se indican en la figura 10.

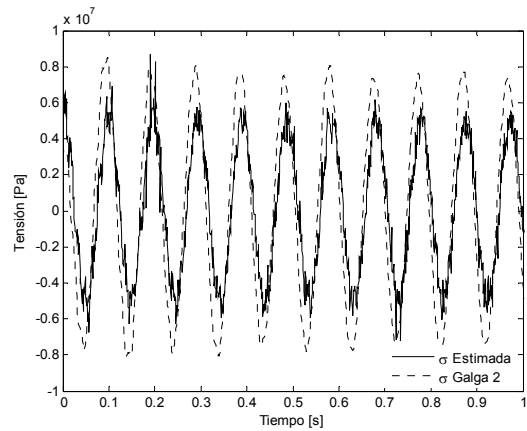


Figura 9. Comparación de las tensiones estimadas y experimentales en el punto 2.

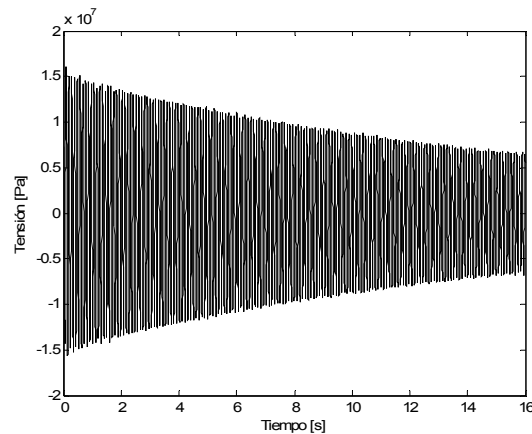


Figura 10. Tensiones estimadas con un modelo con empotramiento flexible en el punto 1.

En las figuras 11 y 12 se muestran las tensiones estimadas en los puntos 1 y 2 con el nuevo modelo de empotramiento flexible, junto con las medidas experimentales. Como se puede observar, las diferencias se han reducido de forma significativa.

6. CONCLUSIONES

- Se ha desarrollado una metodología para la estimación de tensiones en cualquier punto de una estructura que combina el análisis modal operacional con un modelo numérico de la estructura.
- La metodología se ha validado en una barra de acero en voladizo. Los resultados mejoran considerablemente cuando el modelo numérico reproduce razonablemente el comportamiento real de la estructura.

- Este método puede ser utilizado para reducir la incertidumbre en la determinación del daño acumulado a fatiga o la vida remanente de estructuras en servicio.

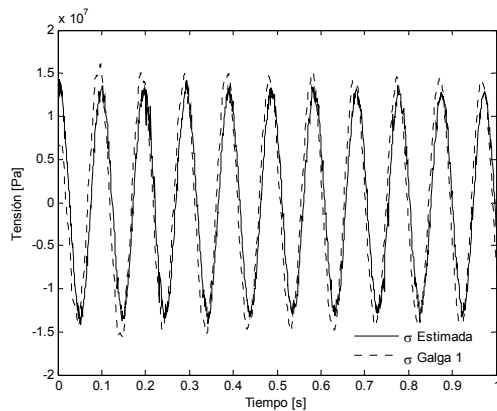


Figura 11. Comparación de tensiones, empotramiento flexible, punto 1.

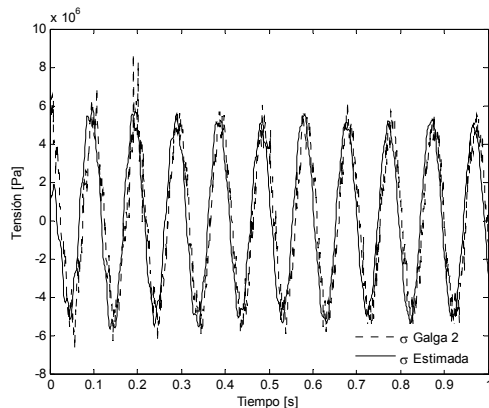


Figura 12. Comparación de tensiones, empotramiento flexible, punto 2.

AGRADECIMIENTOS

Los autores agradecen la financiación económica recibida de la CICYT a través del proyecto de investigación BIA2005-07802-C02-02.

REFERENCIAS

- [1] M. López Aenlle, R. Brincker, A. Fernández Canteli, L.M. Villa García., Mejora de la fiabilidad en el dimensionamiento a fatiga utilizando análisis modal. XXIII Encuentro del grupo español de fractura. Albarracín (Teruel), 2006
- [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] M. López Aenlle, Rune Brincker and 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 2003
- [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] Rune Brincker, Lingmi Zhang and Palle Andersen. *Output-Only Modal Analysis by Frequency Domain Decomposition*. Smart Materials and Structures 10 (2001) pp. 441-445, 2001.
- [7] S. Gade, N. Møller, H. Herlufsen and H. Konstantin-Hansen. *Frequency Domain Techniques for Operational Modal Analysis*. In Proc. Of the International Modal Analysis Conference (IOMAC), Copenhagen, Denmark, 2005.
- [8] N. Møller, B., H. Herlufsen and S. Gade. *Stochastic Subspace Identification Techniques in Operational Modal Analysis*. In Proc. Of the International Modal Analysis Conference (IOMAC), Copenhagen, Denmark, 2005.
- [9] M. López Aenlle, R. Brincker, A. Fernández Canteli and L. M. Villa García. *Scaling Factor Estimation by the Mass Change Method*. In proc. of International Operational Modal Analysis Conference. Copenhagen. 2005.
- [10] M. López Aenlle, Pelayo Fernández, R. Brincker and A. Fernández Canteli. *Scaling factor estimation using an optimized mass change strategy. Part 1: theory*. In Proc. Of the International Modal Analysis Conference (IOMAC). May 2007.
- [11] M.I. Friswell and J.E. Mottershead. *Finite Element Modal el Updating in Structural Dynamics*. Kluwer Academic Publishers. 1995.
- [12] Pelayo Fernández, M. López Aenlle, R. Brincker and A. Fernández Canteli. *Scaling factor estimation using an optimized mass change strategy. Part 2: Experimental Results*. In Proc. Of the International Modal Analysis Conference (IOMAC). May 2007.

COMPORTAMIENTO A FATIGA DEL ACERO ESTRUCTURAL S355-J0

A. Sendín Álvarez, M. López Aenlle, P. Fernández Fernández, S. Núñez Carreira

Departamento de Construcción e Ingeniería de Fabricación
EPS de Ingeniería de Gijón (Universidad de Oviedo)
Campus de Viesques, s/n. Ed. Oeste, bloque 7
33203 Gijón. España
E-mail: aenlle@uniovi.es

RESUMEN

En este trabajo se presentan los resultados de los ensayos de crecimiento de grieta por fatiga realizados sobre probetas normalizadas SENB3 de acero S355 J0, sometidas a flexión bajo distintos niveles de carga y con $R=0.1$. El tamaño de la grieta se ha estimado de forma indirecta a partir de la flexibilidad de la probeta, obtenida mediante los valores de carga y COD registrados durante el ensayo. Finalmente, los valores $da/dN - \Delta K$ se han ajustado mediante la ecuación de Paris. Se han propuesto estrategias correctoras para minimizar la dispersión en los datos obtenidos para bajas velocidades de crecimiento de grieta. Los datos del comportamiento a fatiga de este material se utilizarán para predecir el fallo a fatiga de modelos estructurales construidos a escala y que se ensayarán en laboratorio bajo diferentes condiciones de carga.

ABSTRACT

In this paper, the experimental results corresponding to crack growth fatigue tests carried out on SENB3 normalized specimens made of S355 J0 steel, under bending load and $R=0.1$, are presented. The crack length was indirectly estimated using the specimen compliance, obtained from the load-COD values registered during the tests. Finally, the curve $da/dN - \Delta K$ was fitted considering the Paris equation. Several strategies are proposed to minimize the scatter resulting at low crack growth rates. The fatigue behaviour corresponding to this material will be used to predict fatigue failures in scaled structural models under different load conditions.

PALABRAS CLAVE: Acero S355, Fatiga, Velocidad Crecimiento, Ecuación de Paris, Flexibilidad.

1. INTRODUCCIÓN

La fatiga es un importante modo de fallo a considerar en el dimensionamiento de estructuras, presentando a menudo, un carácter catastrófico sin previo aviso, causando gran cantidad de pérdidas humanas y materiales. El fallo de los materiales metálicos por fatiga tiene lugar con cargas que son considerablemente menores que la carga de rotura estática.

El procedimiento a seguir en el proyecto de estructuras sometidos a fatiga está razonablemente bien documentada en la bibliografía existente y en la normativa correspondiente. Sin embargo, no se han desarrollado metodologías para el estudio del daño acumulado a fatiga de estructuras en servicio, que puede presentarse en:

- Estructuras que, tras una prolongada vida de servicio, pueden haber llegado al final de su vida de proyecto por lo que la eventual prolongación de su vida útil pasa por una comprobación de seguridad por fatiga.

- Estructuras en las que se ha detectado daño a fatiga y se requiere saber si pueden repararse y, por tanto, seguir en servicio o, si por lo contrario, deben derruirse.
- Estructuras en las que se van a modificar las condiciones de carga y es preciso predecir la vida a fatiga bajo la nueva sollicitación.

Para evitar fallos catastróficos en estructuras, en los últimos años se han desarrollado técnicas de monitorización que permiten detectar la presencia de daño, así como localizar la posición del mismo. La mayor parte de estas técnicas están basadas en análisis modal [1, 2, 3, 4].

Sin embargo, una vez detectado y localizado el daño, es necesario aplicar un modelo para determinar el daño acumulado a fatiga, así como su vida remanente. El enfoque de mecánica de la fractura parece el más adecuado para aquellos casos en los que se detecte y localice la presencia de daño.

En este trabajo se presentan los resultados de los ensayos de crecimiento de grieta por fatiga realizados

sobre probetas a flexión de material S355 J0. Este trabajo se enmarca dentro del proyecto de investigación MEC-BIA2005-07802-C02 “Análisis de sensibilidad y evaluación de daño a fatiga en proyectos de ingeniería civil” que tiene como objetivo mejorar la fiabilidad en la predicción de vida a fatiga utilizando análisis modal para estimar las historias de tensiones presentes en cada punto de la estructura y, a continuación, estimar el daño acumulado a fatiga.

2. LA ECUACIÓN DE PARIS

Hasta los años 60, las caracterizaciones de los elementos sometidos a fatiga se realizaba intentando relacionar velocidades de crecimiento de grieta con valores de tensiones aplicadas sobre el elemento en cuestión y su longitud de grieta, dando lugar a expresiones del tipo [5]:

$$\frac{da}{dN} \propto \Delta S^q \cdot a^p \quad (1)$$

La llegada de los nuevos conceptos de la mecánica de la fractura supuso un nuevo enfoque en el estudio del fenómeno de la fatiga.

En 1961, Paris et al. [6] sugieren la utilización del factor de intensidad de tensiones como parámetro caracterizador de la velocidad de crecimiento estable de grietas por fatiga. Dicho factor representa la severidad de la distribución de tensiones alrededor del frente de grieta. La utilización de dicho parámetro representa un avance considerable en el estudio del fenómeno, debido a que combina información sobre la geometría del elemento, tensión nominal y longitud de grieta, describiendo el proceso desde un punto de vista más global y unificando criterios anteriores que describían el fenómeno de una forma parcial.

La ecuación de Paris [6] se formula de la siguiente forma:

$$\frac{da}{dN} = C \cdot (\Delta K)^m, \quad (2)$$

siendo “C” y “m” constantes características de cada material.

Dicha ecuación representa las velocidades de avance de grieta exclusivamente en la llamada región II o región de Paris, donde dichas velocidades aumentan de manera aproximadamente lineal [7, 8].

En la figura 1 se pueden ver representadas las 3 regiones consideradas al representar la velocidad de crecimiento de grieta respecto al incremento del factor de intensidad de tensiones.

La zona I está relacionada con velocidades de crecimiento de grieta muy bajas, que prácticamente se

anulan cuando el incremento del factor de tensiones llega a su valor umbral (ΔK_{th}). Por el contrario, en la zona III el factor de intensidad de tensiones se aproxima a un valor crítico y las velocidades de crecimiento de grieta crecen considerablemente (del orden de 0.01 mm/ciclo), al aproximarse a la fractura total del elemento.

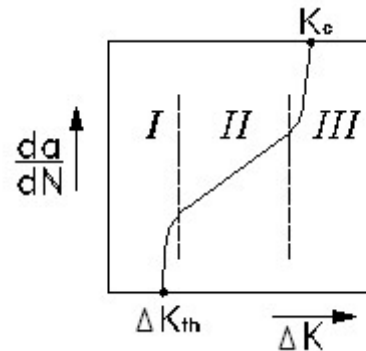


Figura 1. Representación de la velocidad de avance de grieta en las diferentes regiones I, II y III.

Un material queda caracterizado a fatiga si se hallan la constante “C” y el exponente “m”, cuya determinación es el objetivo del presente trabajo.

3. ENSAYOS ESTÁTICOS

Previamente a los ensayos dinámicos, se procedió a realizar ensayos estáticos de tracción sobre 4 probetas cilíndricas normalizadas (diámetro = 8 mm., longitud libre = 70 mm) Para ello se utilizó una máquina universal de ensayos MTS modelo 810 de 250 KN y extensómetro estático MTS modelo 632.12C-20 para medir deformaciones.

Los resultados obtenidos para el módulo de elasticidad (E), límite elástico (σ_{ys}) y tensión de rotura del material (σ_R), se recogen en la tabla 1:

Tabla 1. Resultados de los ensayos estáticos de tracción

Probeta	E (MPa)	σ_{ys} (MPa)	σ_R (MPa)
1	1.96e5	393	528
2	2.02e5	391	552
3	2.00e5	395	551
4	2.02e5	391	530
Valor medio μ	2.00e5	392.5	540.25
Desviación típica σ	2449	1.66	11.27

ENSAYOS DE FATIGA

El programa experimental de fatiga consistió en la realización de ensayos baja carga de amplitud constante, a una frecuencia de 4 Hz y utilizando probetas de

flexión en 3 puntos tipo SENB3. La geometría de las probetas se muestra en la figura 2.

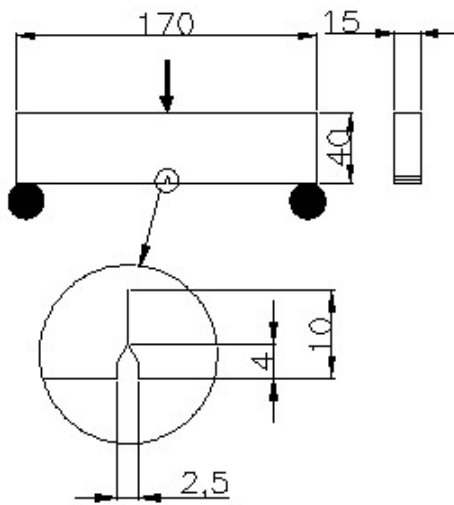


Figura 2. Geometría de la probeta SENB3 utilizada en los ensayos dinámicos. Cotas en mm.

El espesor de dichas probetas ($B=15$ mm) es insuficiente para cumplir la condición de deformación plana:

$$\left(B \geq 2.5 \left(K_{Ic} / \sigma_{ys}\right)^2\right), \quad (3)$$

cuyo cumplimiento, aunque deseable en este tipo de ensayos con el fin de garantizar unas condiciones de deformación plana en la mayor parte del frente de grieta, obligaría a utilizar espesores de probeta excesivos. No obstante, en los ensayos de fatiga a alto número de ciclos y centrando su estudio en la región de Paris, se desarrollan unas tensiones en el frente de grieta relativamente bajas, si se comparan con la tenacidad a fractura del material. Por lo tanto, el radio de zona plástica en el frente de grieta generado durante el ensayo es relativamente pequeño (en comparación con las dimensiones de la probeta).

Para la realización de los ensayos se utilizó una máquina universal de ensayos MTS modelo 810 de 250KN. Durante los ensayos se registró el valor de la carga aplicada y el desplazamiento en abertura de grieta (COD) mediante un extensómetro dinámico MTS modelo 632.03C-30.

En el desarrollo de los ensayos se siguió la normativa BS6835:1988 [9].

3.1 Preagrietamiento

Para el cálculo de la carga máxima en la etapa de preagrietamiento [10] se consideró como referencia la expresión:

$$K_{max} / E \leq 0.0002 \sqrt{m} \quad (4)$$

en la que:

E es el módulo elástico del material y K_{max} el factor de intensidad de tensiones máximo permitido para la etapa de preagrietamiento.

Conocido el valor máximo del factor de intensidad de tensiones, la carga máxima se determina a partir de la ecuación:

$$K_{max} = \left(\frac{P_{max} \cdot S}{\sqrt{B \cdot B_N} \cdot W^{3/2}} \right) \cdot f(a/W) \quad (5)$$

donde:

S = distancia entre apoyos (160 mm).

W = longitud de la probeta (170 mm)

B = espesor de probeta (15 mm)

B_N = espesor neto de probeta (15 mm)

$$f(a/W) = \frac{3(a/W)^{1/2} \cdot \left[\frac{1.99 - (a/W) \left(1 - (a/W)\right)}{2.15 - 3.93(a/W) + 2.7(a/W)^2} \right]}{2 \left(1 + 2(a/W)\right) \left(1 - (a/W)\right)^{3/2}} \quad (6)$$

Además, esta carga máxima de preagrietamiento tiene una limitación adicional:

$$P_{max} \leq P_f = \frac{0.5B(W - a_0)^2 \left(\sigma_{ys} + \sigma_R / 2 \right)}{S} \quad (7)$$

No obstante, aunque esta carga es la establecida como carga máxima en la etapa de preagrietamiento, los valores utilizados han sido considerablemente menores para asegurar que las plastificaciones generadas en el frente de grieta sean suficientemente pequeñas y garantizar el comienzo del ensayo bajo las hipótesis de la MFEL.

3.2 Ensayos

Se realizaron 4 ensayos de fatiga bajo carga de amplitud constante, manteniendo un coeficiente de asimetría $R = 0,1$. La norma establece, para esta geometría en particular, una longitud de preagrietamiento no menor a 8 mm. Los parámetros de los diferentes ensayos se muestran en la tabla 2.

Tabla 2. Parámetros utilizados en los ensayos de fatiga

Probeta	P_{max} (N)	$R = P_{min} / P_{max}$	a_0 (mm)
1	17000	0.1	9.8

2	15000	0.1	11.07
3	13000	0.1	10.59
4	11000	0.1	10.47

4. ANÁLISIS DE RESULTADOS

La longitud de grieta se obtuvo de forma indirecta mediante el método de la flexibilidad. Para ello, se registraron bucles de Carga-COD cada 2 minutos. En la figura 3, se muestran algunos de los bucles de histéresis correspondientes a la probeta 1.

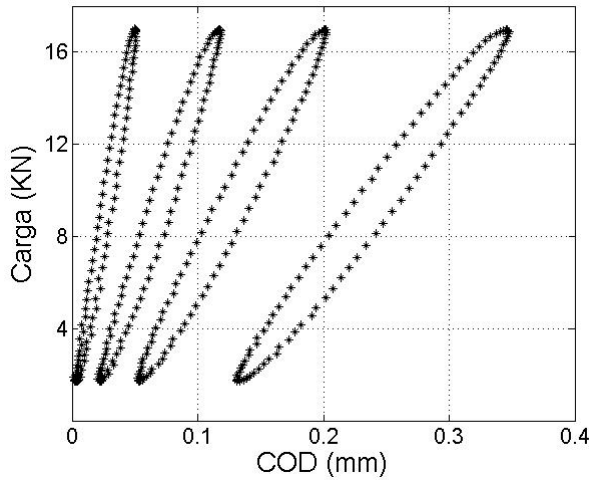


Figura 3. Representación de bucles de histéresis para la probeta 1.

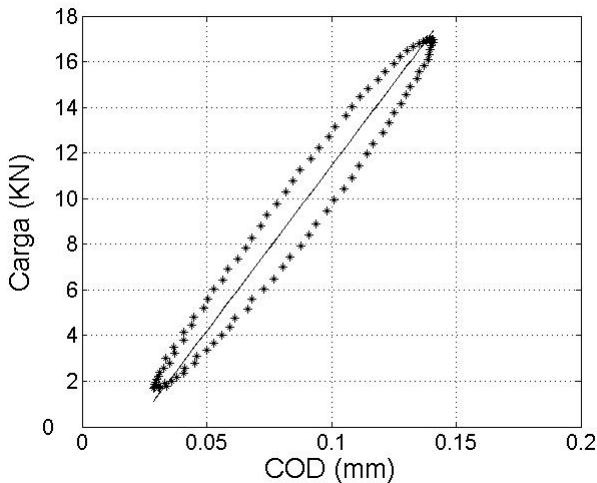


Figura 4. Cálculo de la flexibilidad C_i para un bucle de correspondiente a la probeta 1.

Para cada bucle de histéresis, se determinó la flexibilidad C_i . La figura 4 ilustra el cálculo de la flexibilidad de un bucle correspondiente a la probeta 1.

Una vez obtenidos los valores de flexibilidad correspondiente a cada ciclo, la longitud de grieta se obtiene mediante la ecuación (8):

$$a_i/W = \left(\frac{0.999748 - 3.9504 \cdot u + 2.9821 \cdot u^2 - 3.21408 \cdot u^3 + 51.51564 \cdot u^4 - 113.031 \cdot u^5}{\left[\frac{B_e W E' C_i}{S/4} \right]^{1/2} + 1} \right) \quad (8)$$

donde:

$$u = \frac{I}{\left[\frac{B_e W E' C_i}{S/4} \right]^{1/2} + I} \quad (9)$$

siendo:

$$E' = \frac{E}{(1 - \nu^2)} \quad (10)$$

B_e = Espesor efectivo de la probeta (para este caso, $B_e = B$).

En la figura 5 se representan las curvas de crecimiento de grieta en función del número de ciclos, obtenidas para cada uno de los ensayos.

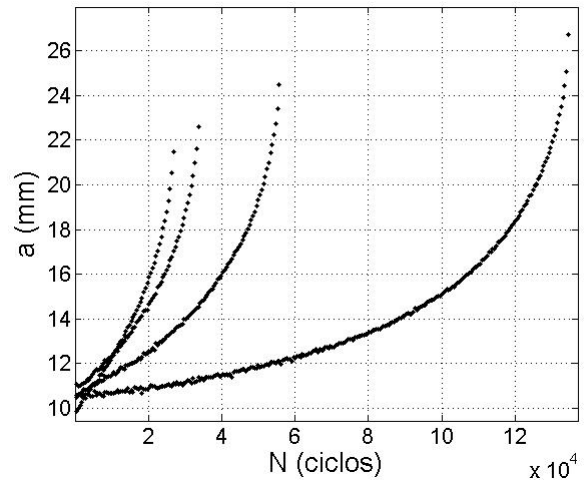


Figura 5. Evolución del tamaño de grieta para los 4 ensayos realizados.

El factor de intensidad de tensiones se determinó mediante la expresión:

$$\Delta K = \frac{\Delta P}{B\sqrt{W}} \cdot f\left(\frac{a_{medio}}{W}\right) \quad (11)$$

aplicable a ensayos de flexión en tres puntos en probetas SENB3 [5], en la que $f\left(\frac{a_{medio}}{W}\right)$ viene dado por la expresión (12):

$$f(\alpha) = \frac{6\sqrt{\alpha} \left[1.99 - \alpha(1 - \alpha)(2.15 - 3.93\alpha + 2.7\alpha^2) \right]}{(1 + 2\alpha)(1 - \alpha)^{1.5}} \quad (12)$$

en la que:

$$\alpha = a_{\text{medio}} / W, \quad (13)$$

siendo “ a_{medio} ” el valor medio entre los 2 valores de longitud de grieta considerados al aplicar la simplificación propuesta en la fórmula (14).

Si se disponen de datos de longitud de grieta suficientemente próximos, la velocidad de crecimiento de grieta se puede obtener considerando la simplificación:

$$da/dN \approx \Delta a / \Delta N \quad (14)$$

Finalmente, se estimaron las constantes “C” y “m” de la ecuación de Paris mediante regresión lineal en escala doblemente logarítmica.

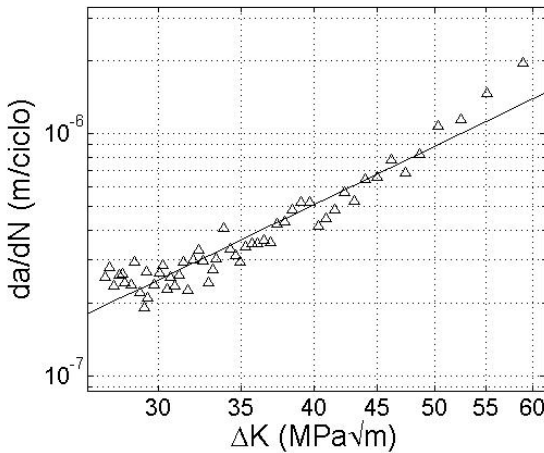


Figura 6. Ajuste de los datos obtenidos para la probeta 1

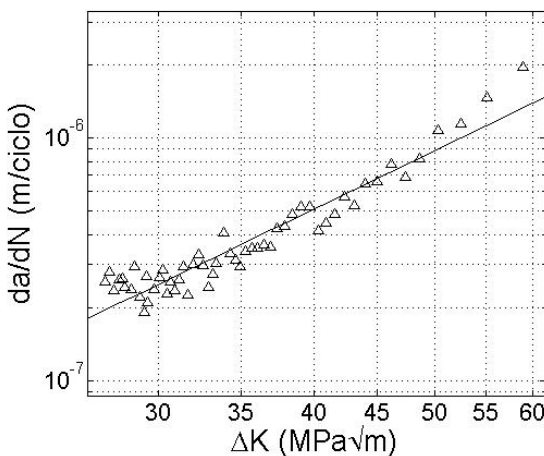


Figura 7. Ajuste de los datos obtenidos para la probeta 3.

5. DISCUSIÓN DE LOS RESULTADOS

La estimación de la longitud de grieta mediante el método de la flexibilidad presenta el inconveniente de que conduce a valores de velocidad de crecimiento de grieta muy dispersos para bajo número de ciclos. Esto se debe a que la variación de la flexibilidad de la probeta al inicio del ensayo es muy reducida, por lo que pequeños errores en el ajuste de los bucles de histéresis se traducen en una gran dispersión de la velocidad de crecimiento de grieta, que disminuye progresivamente a medida que transcurre el ensayo.

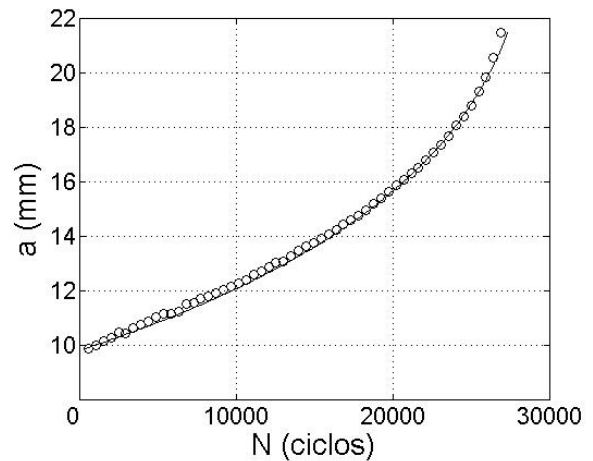


Figura 8. Comparación de datos experimentales de la probeta 1 con el ajuste obtenido a partir de la ecuación de Paris.

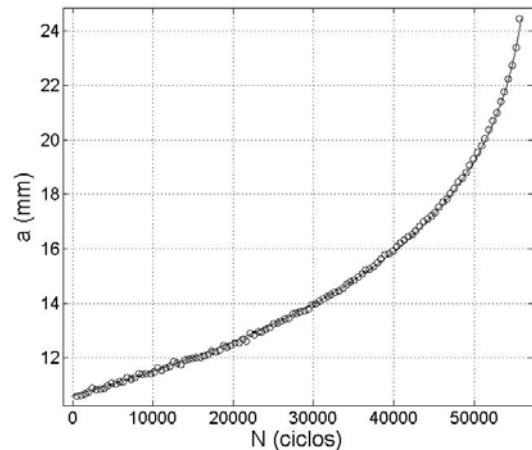


Figura 9. Comparación de datos experimentales de la probeta 3 con el ajuste obtenido a partir de la ecuación de Paris.

En este trabajo se ha optado por aplicar técnicas de suavizado a los valores discretos de $\Delta a / \Delta N$, correspondientes a bajo número de ciclos.

A continuación se ajustó la recta de Paris mediante regresión lineal en escala doblemente logarítmica, obteniéndose los parámetros “C” y “m”. En la figura (6) se muestra el ajuste correspondiente a la probeta 1 y en la figura (7) el correspondiente a la probeta 3. En la tabla 3 se muestran los valores correspondientes a un ajuste individual de los resultados de cada una de las probetas.

Finalmente, la bondad del ajuste se comprueba representando el conjunto de valores discretos a-N obtenidos experimentalmente, frente a la curva correspondiente a la recta de Paris definida por los valores “C” y “m”. En la figura (8) se muestra la curva “a-N” correspondiente a la probeta 1 y en la figura (9) la correspondiente a la probeta 3.

Tabla 3. Parámetros utilizados en los ensayos de fatiga

Probeta	C	m
1	5.303e-11	2.485
2	4.310e-12	3.173
3	6.76e-12	3.057
4	2.75e-13	3.795

6. CONCLUSIONES

A partir de los resultados obtenidos en los diferentes ensayos de caracterización realizados, se ha llegado a las siguientes conclusiones:

1. Se ha caracterizado a fatiga el acero estructural S355-J0 mediante la realización de ensayos de crecimiento de grieta por fatiga sobre probetas SENB3.
2. La longitud de grieta se ha obtenido de forma indirecta mediante el método de la flexibilidad. Las pequeñas variaciones de la flexibilidad, junto con la incertidumbre en el ajuste de los bucles de histéresis, se traducen en una gran dispersión de los valores de velocidad de crecimiento de grieta al comienzo del ensayo.
3. La aplicación de técnicas de suavizado a los valores de velocidad de crecimiento de grieta se traducen en una reducción de la dispersión y en una mejor precisión en el ajuste.

AGRADECIMIENTOS

Los autores agradecen al Ministerio de Educación y Ciencia el apoyo económico recibido para la realización del proyecto MEC-BIA2005-07802-C02 “Análisis de sensibilidad y evaluación de daño a fatiga en proyectos de ingeniería civil” y al Gobierno del Principado de

Asturias a través del proyecto 02FC-06-COF05-012-MEC.

REFERENCIAS

- [1] Bernal, D. *Damage localization using load vectors*. COST F3, pp. 223-231. Madrid. 2000.
- [2] Gawronski, W.K. *Dynamics and control of structures: a modal approach*. Mechanical Engineering Series. Springer-Verlag. 1998
- [3] Salawu, O.S. Williams, C. *Damage location using vibration modes shapes*. Proc. of the 12th IMAC, pp. 933-939. 1994.
- [4] Pandey, A.K. Biswas, M. Samman, M.M. *Damage detection from changes in curvature mode shapes*. Journal of Sound and Vibration, vol. 145, n° 2, pp. 321-332. 1991.
- [5] Schütz, W. *A history of fatigue*. Engineering Fracture Mechanics, vol. 54, n° 2, pp. 263-300. 1996
- [6] Paris, P.C, Gomez, M.P. & Anderson, W.E. *A rational analytical theory of fatigue*. The Trend of Engineering, vol. 13, pp. 9-14. 1961.
- [7] Schijve, J. *Fatigue of structures and materials*. Kluwer Academic Publishers, pp. 180. 2001
- [8] Dowling, N.E. Thangjitham, S. *An overview and discussion of basic methodology for fatigue*. Fatigue and Fracture Mechanics. 31st volume, ASTM STP 1389, pp. 3-36. 2000.
- [9] BS 6835:1988. *Determination of the rate of fatigue crack growth in metallic materials*. British Standard Institution.
- [10] ASTM E1820-99. *Standard test method for measurement of fracture toughness*.

APLICACIÓN DEL ANÁLISIS DINAMO-MECÁNICO A LA DETERMINACIÓN DE LAS CONDICIONES CRÍTICAS EN FATIGA DE MATERIALES POLIMÉRICOS

I. Carrascal, J. A. Casado, J. A. Polanco y F. Gutiérrez-Solana

Dpto. de Ciencia e Ingeniería del Terreno y los Materiales. E.T.S. de Ingenieros de Caminos, Canales y Puertos
Universidad de Cantabria. Avda. Los Castros s/n. 39005. Santander. España
E-mail: carrasci@unican.es

RESUMEN

La técnica de análisis dinamo-mecánica (DMA), incluida en el grupo de las técnicas de análisis térmico, es una de la herramientas más potentes para el estudio de la influencia de la estructura molecular sobre las propiedades físicas de los polímeros, ya que tiene una gran sensibilidad para detectar cambios de movilidad interna de las moléculas. Una de las aplicaciones más extendidas es la determinación de la temperatura de transición vítrea de este grupo de materiales.

Ante un proceso de fatiga que provoca deformaciones mecánicas macroscópicas repetidas, en los materiales poliméricos se produce un reajuste molecular interno, que se puede hacer más evidente debido al incremento de temperatura ocasionado por el calentamiento generado internamente debido a la fatiga. Estos cambios internos se pueden manifestar al exterior por medio de magnitudes dinamo-mecánicas.

En este trabajo se propone un modelo para la identificación de las condiciones críticas en un proceso de fatiga a través de un estudio de la evolución del ángulo de desfase entre la señal de tensión aplicada y la deformación medida. Este desfase se obtiene a través de una monitorización directa de las dos señales durante el ensayo o bien de forma indirecta a través de la medida de parámetros energéticos.

El estudio se realiza con probetas de tracción normalizadas de Poliamida 6 sometidas a un proceso de fatiga monótona a diferentes niveles de tensión. Durante el ensayo se monitorizan la tensión, la deformación y el ángulo de desfase entre ellas. Otro parámetro fundamental en el proceso, como es la temperatura, será medido por medio de una cámara termográfica por infrarrojos, la cual permitirá, además de conocer la temperatura de la superficie de la probeta en todo momento, localizar la zona de fallo previamente a su rotura, identificada por ser la de mayor temperatura.

ABSTRACT

The dynamo-mechanic technique (DMA), which is included in the group of thermal analysis techniques, is one of most powerful tests to study the influence of molecular structure on polymer physical properties, since it has a great sensibility to detect internal mobility changes in the molecules. One of the most widespread applications is the glass transition temperature determination for this group of materials.

As a consequence of a fatigue process that promotes mechanical macroscopic repeated deformations, a molecular internal readjustment takes place in polymers, which can become more evident due to the temperature increase caused by the warming internally generated due to fatigue. These internal changes can be detected externally by the detection of dynamo-mechanic changes.

In this paper a model is proposed for the identification of the critical conditions in a fatigue process by a study of the evolution of the phase-difference angle between the sign of applied stress and the measured deformation. This phase-difference angle is obtained by a direct recording of both signs during the test or by measuring the energetic parameters, an indirect way.

The study is performed polyamide 6 tensile test specimens subject to a monotonous fatigue process at different stress levels. During this test the stress, the deformation and the phase difference angle between both of them are recorded. Another key parameter in the process, the temperature, will be measured by means of a thermographic camera, which will inform about the surface temperature of the specimen at all time, and about the location of the crack initiation point before the failure. This failure point is identified by its higher temperature.

PALABRAS CLAVE: Análisis dinamo-mecánico, ángulo de desfase, fatiga, poliamida.

1. INTRODUCCIÓN

La técnica de análisis dinamo-mecánico (DMA), incluida en el grupo de las técnicas de análisis térmico, es una de las herramientas más potentes para el estudio de la influencia de la estructura molecular sobre las propiedades físicas de los polímeros, ya que tiene una gran sensibilidad para detectar cambios de movilidad interna de las moléculas. Una de las aplicaciones más extendidas es la determinación de la temperatura de transición vítrea de este grupo de materiales.

Ante un proceso de fatiga que provoca deformaciones mecánicas macroscópicas repetidas, en los materiales poliméricos se produce un reajuste molecular interno, que se puede hacer más evidente debido al incremento de temperatura ocasionado por el calentamiento generado internamente debido a la fatiga. Estos cambios internos se pueden manifestar al exterior por medio de magnitudes dinamo-mecánicas.

Para este trabajo se ha seleccionado un material con una temperatura de transición relativamente baja para que durante el proceso de fatiga sea fácil poder superar esta barrera y así poder comprobar cuales son los cambios que se producen.

El principal parámetro a analizar será el ángulo de desfase entre las señales de esfuerzo y de deformación. La obtención del mismo será directa a través de un software específico que permitirá su monitorización en tiempo real. En análisis posteriores se tratará de obtener este ángulo a partir de la medición de las energías disipadas y almacenadas por ciclo, como ya se ha realizado en trabajos anteriores.

Para la registrar las temperaturas se empleará una cámara termográfica de infrarrojos, que permitirá la medida sin contacto, evitando posibles errores por fricción entre sonda y material.

2. MATERIAL EMPLEADO

Para el desarrollo de este trabajo se ha empleado Poliamida 6 (PA6) inyectada en probetas con forma de halterio tipo 1B según UNE-EN ISO 527-2 [1], cuya geometría y dimensiones se reflejan en la figura 1.

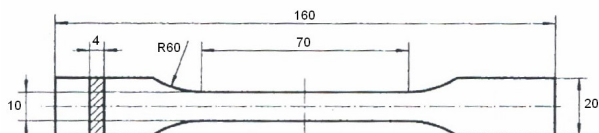


Figura 1.- Dimensiones de las probetas empleadas

La PA 6 es un material altamente higroscópico y la absorción de humedad puede alterar significativamente sus propiedades mecánicas, especialmente las dinámicas. Por esta razón, previamente, se determinó el contenido de humedad y comportamiento estático, para

poder acotar el rango de trabajo en fatiga dentro del campo elástico. La humedad se situó en torno al 2.8 %. El comportamiento mecánico estático de una PA6 con un contenido de agua similar (3 %), se muestra en la figura 2.

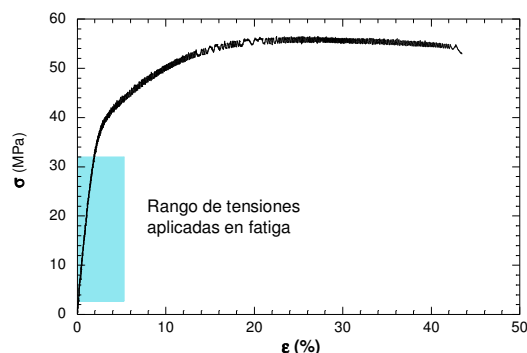


Figura 2.- Comportamiento de la PA6 con H=3%

3. METODOLOGÍA EXPERIMENTAL

Se realizaron ensayos de fatiga monótona a temperatura ambiente, empleando una máquina servohidráulica de 5 kN de capacidad. Para todos los ensayos se mantuvo constante el nivel mínimo y se fue variando el valor máximo según se muestra en la Tabla 1.

Tabla 1. Parámetros de carga empleados en fatiga

Ensayo	F _{max} (kN)	F _{min} (kN)	σ _{max} (MPa)	σ _{min} (MPa)	Δσ (MPa)
1	1400	100	32.5	2.3	30.2
2	1300	100	30.2	2.3	27.9
3	1200	100	27.9	2.3	25.6
4	1150	100	26.7	2.3	24.4
5	1100	100	25.6	2.3	23.3
6	1000	100	23.3	2.3	21.0

Durante los ensayos de fatiga se monitorizan la carga aplicada y la deformación de la probeta en base a la medida del desplazamiento del actuador de la máquina de ensayo.

A lo largo del ensayo de fatiga se realizará un análisis dinamo-mecánico con una diferencia respecto al método tradicional, la temperatura de la probeta será generada internamente por el componente por efecto de la carga cíclica, en lugar de recurrir a una fuente externa.

Por tanto la temperatura de la probeta es otra magnitud fundamental a determinar. La medida se realiza sin contacto, para evitar rozamientos con la sonda en el proceso de fatiga. Se emplea una cámara termográfica de infrarrojos equipada con un software que permite monitorizar la temperatura en ocho puntos de la probeta repartidos a lo largo del fuste de la misma.

Debido al contenido de humedad presente en el material, es complicado obtener la T_g del material a partir de la bibliografía por lo que se recurre a la técnica

de calorimetría diferencial de barrido (DSC) para poder obtenerla con precisión.

Los ensayos de fatiga se realizaron en control de carga aplicando un esfuerzo sinusoidal de amplitud F_0 en torno a un nivel medio F_m , obteniéndose una respuesta similar para el desplazamiento pero desfasada un ángulo δ y con amplitud Δ_0 y nivel medio Δ_m , ecuaciones (1) y (2) y Figura 3.

$$F = F_m + F_0 \sin \omega t \quad (1)$$

$$\Delta = \Delta_m + \Delta_0 \sin(\omega t - \delta) \quad (2)$$

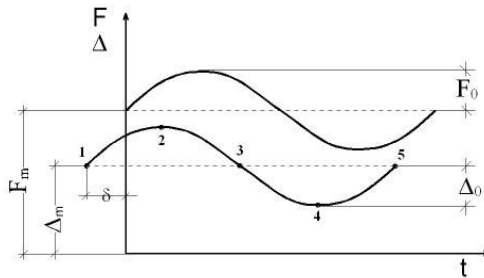


Figura 3.- Desfase entre carga y desplazamiento

El valor del ángulo de desfase se puede obtener a partir de un análisis energético por ciclo [2, 3 y 4]

La energía disponible dentro de un ciclo entre dos instantes de tiempo t_i y t_{i+1} se obtiene a partir de:

$$E_{t_i/t_{i+1}} = \int_{t_i}^{t_{i+1}} dE = \int_{t_i}^{t_{i+1}} F \cdot d\Delta \quad (3)$$

Esta energía total puede descomponerse, tal como se ve en la Figura 4, en energía disipada, representada por el bucle de histéresis y energía almacenada recuperada por la placa tras finalizar el ciclo.

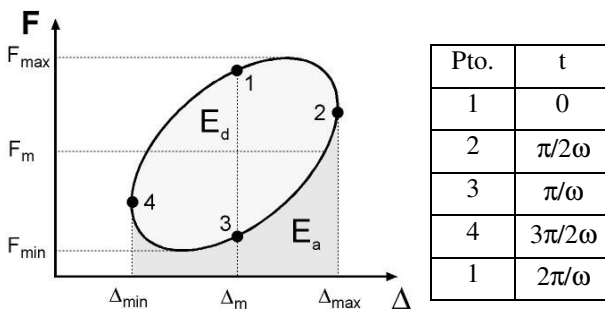


Figura 4.- Energía almacenada y disipada

La energía disipada por ciclo se puede obtener como el área encerrada por el bucle:

$$E_d = \oint dE = \int_0^{2\pi} F d\Delta = \pi F_0 \Delta_0 \sin \delta \quad (4)$$

Mientras que la energía almacenada correspondería al área encerrada bajo el bucle, o lo que es lo mismo, la integral cambiada de signo entre los puntos 2 y 4.

$$E_a = (-1) \int_{\frac{2\pi}{\omega}}^{\frac{3\pi}{\omega}} dE = 2F_m \Delta_0 \cos \delta - \frac{\pi}{2} F_0 \Delta_0 \sin \delta \quad (5)$$

Dividiendo la ecuación (4) por la (5) se llega a una expresión que correlaciona el ángulo de desfase con el cociente entre la energía disipada y la almacenada (6).

$$\tan \delta = \frac{4F_m \frac{E_d}{E_a}}{\pi F_0 \left(2 + \frac{E_d}{E_a} \right)} \quad (6)$$

4. RESULTADOS Y ANÁLISIS

Los resultados globales obtenidos se reflejan en el clásico diagrama de Wholer de la figura 5 donde también se indica el tipo de rotura sufrido por la probeta.

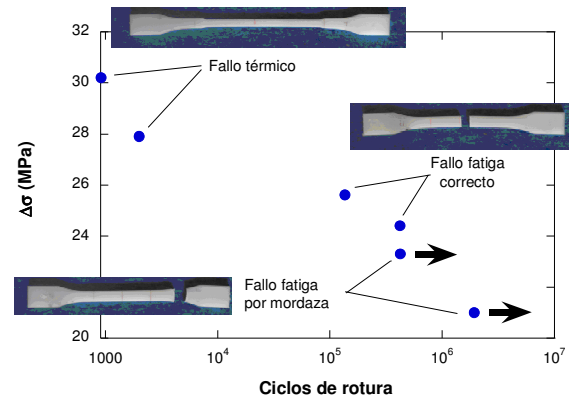


Figura 5.- Diagrama de Wholer y tipo de rotura

Los dos esfuerzos más elevados provocan un fallo térmico que se traduce en la aparición de un cuello de estrangulación en la probeta. Los dos niveles intermedios presentan una rotura correcta, mientras que en los dos más bajos la rotura tuvo lugar en la mordaza.

La figura 6 se representa la evolución de la temperatura de la superficie de la probeta en los diferentes puntos monitorizados. Se puede apreciar una diferencia cercana a los 10 °C entre la parte superior e inferior de la probeta. Esta diferencia térmica ayuda a predecir la zona de rotura, que tendrá lugar en la zona de temperatura más elevada, para este caso concreto.

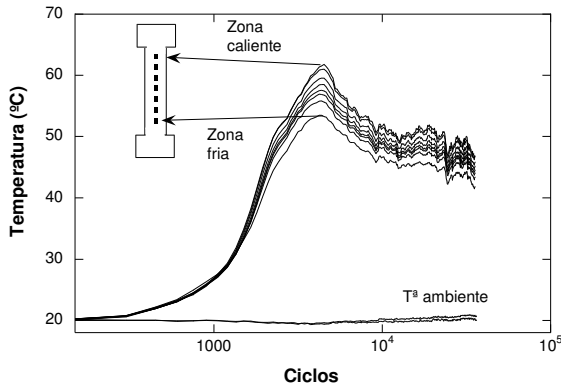


Figura 6.- Evolución de la T^a en uno de los ensayos

A partir de este momento se utilizará en todos los análisis la temperatura más elevada obtenida sobre la probeta.

En la figura 7 se muestra el resultado del DSC, donde se obtuvo una temperatura de transición vítrea, T_g , de 33 °. Para la PA seca la T_g se sitúa en torno a 78 °C, mientras que para PA saturada ($H = 8\%$) puede descender hasta 8 °C [5].

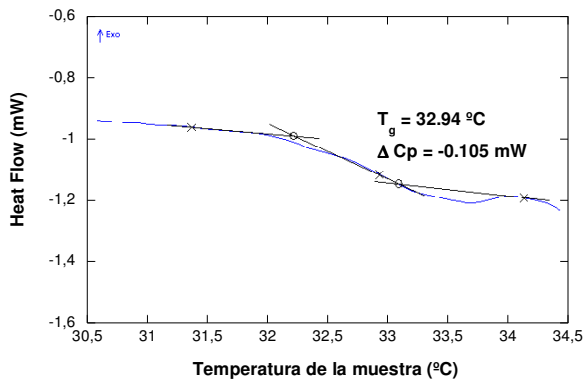


Figura 7.- DSC

En la figura 8 se puede observar la evolución de la temperatura a lo largo de todos los ensayos. Por un error de ejecución no se disponen de datos de temperatura de la probeta más solicitada.

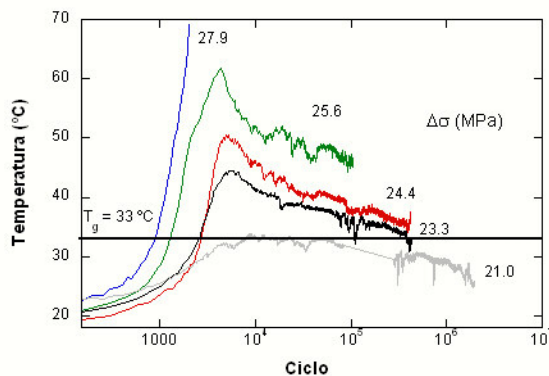


Figura 8.- Evolución de la temperatura

Se comprueba como al principio del ensayo la probeta se calienta rápidamente sin apenas tiempo para intercambiar calor con el ambiente. El calentamiento es creciente con el nivel tensional. Alcanzado el valor máximo del mismo, la disipación de calor supera a la generación interna del mismo, por lo que la temperatura en superficie comienza a disminuir e intenta estabilizarse [6]. Las dos probetas más solicitadas muestran un calentamiento creciente hasta que se produce el fallo (aparición de un cuello de estricción). La probeta menos solicitada no llega a superar la T_g , ni en el tramo inicial de calentamiento.

La figura 9 muestra la evolución de la temperatura máxima y la del momento de rotura comprobándose que la diferencia entre ellas se acorta a medida que disminuye la sollicitación, a pesar de que los tiempos de ensayo aumentan.

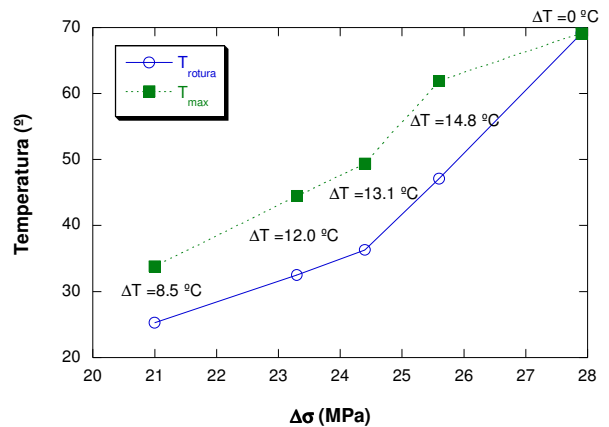


Figura 9.- Temperaturas máximas y de rotura

El desfase se ha obtenido directamente a partir del software empleado y se ha contrastado con el valor obtenido a partir de la expresión (6). Las diferencias obtenidas son mínimas como puede verse, por ejemplo, en la figura 10 que corresponde a la probeta con $\Delta\sigma = 25.5\text{ MPa}$. Para las tres probetas ensayadas por debajo de este nivel la diferencia se mantiene en todos los casos por debajo del 5 %. Sin embargo, para las dos probetas con fallo térmico los resultados no coinciden.

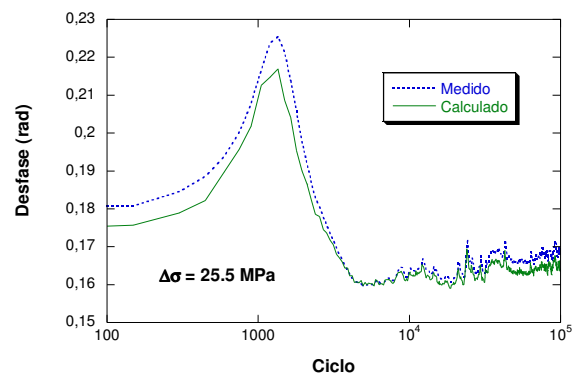


Figura 10.- Desfase medido y calculado

La evolución del ángulo de desfase en todos los casos sigue un patrón similar (Figura 11).

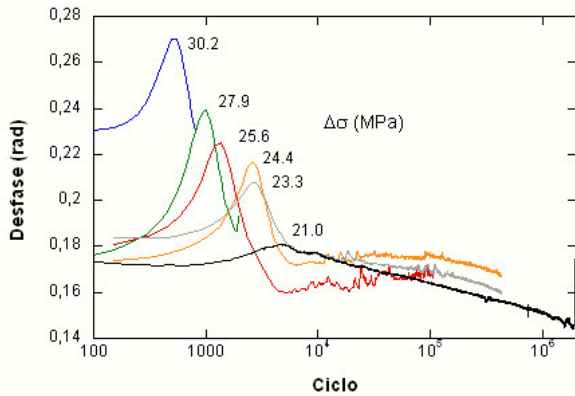


Figura 11.- Evolución del desfase con el nº de ciclos

Inicialmente, la probeta a temperatura ambiente muestra un desfase creciente durante el proceso de calentamiento por fatiga hasta un valor máximo, que como se puede apreciar en la figura 12 mantiene una relación lineal con la tensión aplicada.

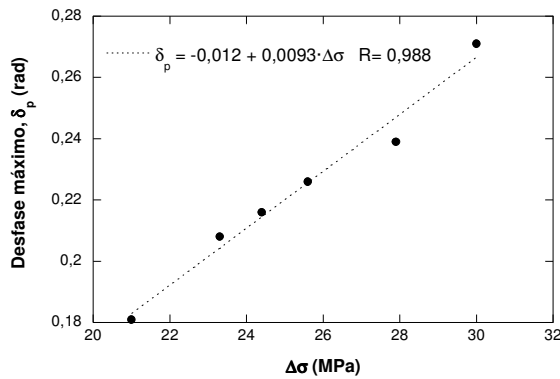


Figura 12.- Relación desfase máximo y esfuerzo

Al realizar una representación típica de un análisis dinamo-mecánico, es decir, ángulo de desfase frente a temperatura (Figura 13), se puede apreciar claramente que el pico del desfase tiene lugar para una temperatura constante que coincide con la T_g medida por DSC.

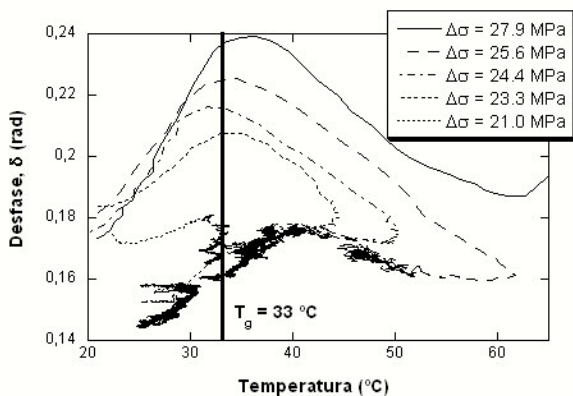


Figura 13.- Análisis dinamo-mecánico (δ - T_g)

El mismo resultado se obtiene representando la relación entre áreas disipadas y almacenadas por ciclo, como se puede observar en la figura 14

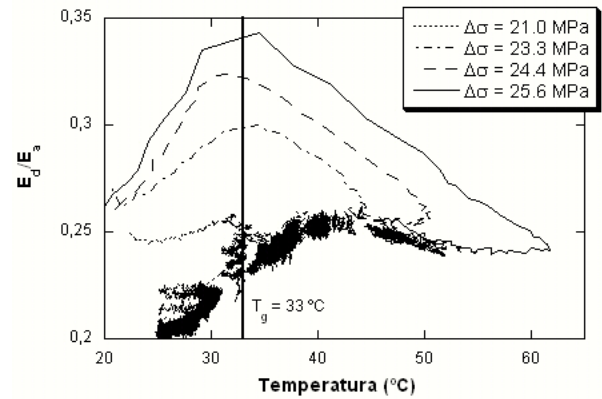


Figura 14.- Evolución de E_d/E_a frente a la T_g

Una vez alcanzada la T_g , el ángulo de desfase descende mientras la temperatura sigue creciendo hasta alcanzar el valor de temperatura más elevado del ensayo, como se puede apreciar en la Figura 15. La relación de energías muestra un comportamiento similar, como se observa en la misma figura.

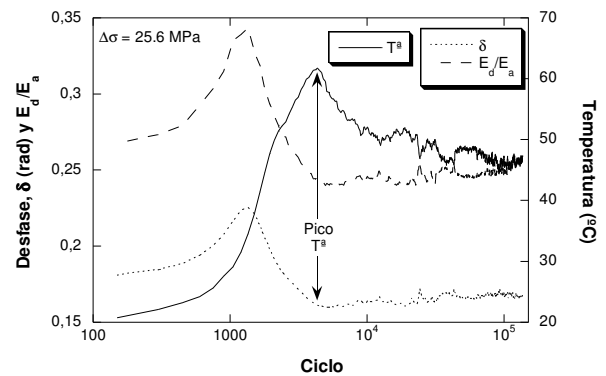


Figura 15.- Influencia de la T_g en el desfase

Una vez superado el pico de temperatura las probetas se han comportado de formas diferentes en función de la tensión aplicada. En las dos probetas más solicitadas (fallo térmico) inmediatamente se produce el fallo apareciendo la estricción. Para el siguiente nivel tensional, el que se recoge en la figura 15, el ángulo de desfase muestra una tendencia creciente hasta que se produce la rotura, que es correcta. Si se sigue disminuyendo la tensión, $\Delta\sigma = 24,4$ MPa (figura 11), el ángulo comienza creciente, pero al disminuir la temperatura de los 40 °C se convierte en decreciente y continúa así hasta la rotura, que también es correcta. Para los dos niveles tensionales inferiores, el ángulo disminuye con pendiente decreciente tendiendo a estabilizarse, pero en ambos casos la rotura tuvo lugar antes de tiempo por tratarse de una rotura incorrecta por mordaza.

En la figura siguiente se puede comprobar la enorme influencia que la temperatura ejerce sobre el ángulo de desfase, incluso fuera de la zona de transición en torno a

T_g . En la zona estacionaria de la probeta menos solicitada se puede apreciar que tanto el desfase como la propia temperatura de la probeta siguen perfectamente los cambios sufridos por la temperatura ambiente. Sobre las curvas de desfase y/o temperatura de la probeta se puede discernir perfectamente entre los períodos de noche y día, correspondiendo la noche a un descenso de ambos parámetros.

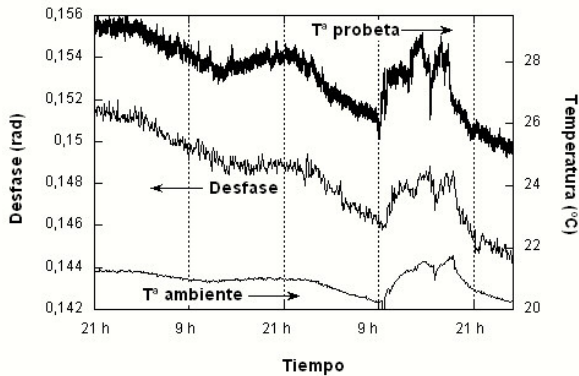


Figura 16.- Influencia de la T^a ambiente sobre el ángulo de desfase y la T^a de la probeta

Por último, una vez constatada la influencia de la tensión aplicada con el desfase máximo alcanzado, δ_p y con el número de ciclos a los que se produce este pico del desfase, N_p , en la figura 17 se comprueba que entre estos parámetros y el número de ciclos a rotura en fatiga, N_R , existe una correlación potencial.

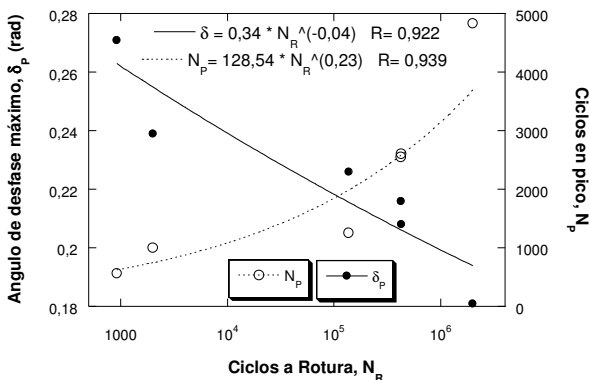


Figura 17.- Relación entre δ_p , N_p y N_R

5. CONCLUSIONES

La termografía infrarroja es un método apropiado para la medida de la temperatura superficial en ensayos de fatiga, ya que se evita la posible fricción entre la sonda de contacto y el material que provocaría un error en la medida. Este método de medida permite, además, localizar la posible zona de fallos del material, por tratarse de la zona que alcanza mayores temperaturas.

El ángulo de desfase entre la señal de carga y deformación en la fatiga de probetas de poliamida, que

no fallen térmicamente, puede obtenerse a partir del coeficiente entre las energías disipadas y almacenadas en cada ciclo.

El ángulo de desfase de la PA durante un proceso de fatiga es creciente hasta alcanzar la T_g . Alcanzado este valor el desfase decae rápidamente mientras la temperatura esté creciendo. Una vez alcanzado el valor máximo de temperatura, pueden ocurrir varias situaciones. La primera sería un crecimiento rápido del desfase, lo cual equivaldría a un fallo de tipo térmico. La segunda, un crecimiento moderado del desfase, originaría un fallo por fatiga más o menos prematuro. Por último, si el desfase es decreciente y la temperatura se mantiene por debajo de la T_g se puede suponer que está por debajo del límite de fatiga del material. Habría otra situación que no ha quedado muy clara en este trabajo y que será objeto de trabajos futuros y es aquella en la que el desfase es decreciente pero por encima de la T_g .

El ángulo de desfase, así como la temperatura del material durante un ensayo de fatiga son fácilmente alterables por pequeños cambios en la temperatura ambiente en periodos estacionarios del ensayo.

Se ha podido correlacionar a partir de una expresión potencial el número de ciclos a rotura tanto con el máximo desfase medido en el pico de la T_g , como con el número de ciclos transcurridos hasta la aparición del pico.

REFERENCIAS

- [1] UNE-EN ISO 527-2:1997. Plásticos. Determinación de las propiedades en tracción. Parte 2: Condiciones de ensayo de plásticos para moldeo y extrusión.
- [2] Carrascal, I., Casado, J.A., Varona, J.M., Polanco, J.A. y Gutiérrez-Solana, F. Determinación del fallo por fatiga en base a consideraciones energéticas de componentes de PA 6.6 reforzada con fibra de vidrio. Anales de Mecánica de la Fractura. Vol 21. 2004.
- [3] Casado, J.A., Carrascal, I., Polanco, J.A. y Gutiérrez-Solana. Fatigue failure of short glass fibre reinforced PA 6.6 structural pieces for railway track fasteners. Engineering Failure Analysis. 13. 2006
- [4] Carrascal, I. Optimización y análisis de comportamiento de sistemas de sujeción para vías de ferrocarril de alta velocidad española. Tesis doctoral. Santander. 2006.
- [5] Ehrenstein, G. W., Polymeric materials, Hanser Publishers, Munich, 2001.
- [6] Crawford, R. J., Plastics Engineering, Butterworth-Heinemann. Oxford. Third edition. 1998.

RESIDUAL STRESSES ANALYSIS OF Nd-YAG LASER WELDED JOINTS

J.M. Costa¹ J.T.B. Pires², F. Antunes¹, J.P.Nobre¹ and L.P. Borrego³

¹ CEMUC, Department of Mechanical Engineering, University of Coimbra- Polo II,
Pinhal de Marrocos, 3030-788, Coimbra, Portugal
E-mail: jose.domingos@dem.uc.pt

² Department of Mechanical Engineering, Polytechnic Institute of Castelo Branco,
Avenida do Empresário, 6000-767 Castelo Branco
E-mail: tbom@est.ipcb.pt

³ Department of Mechanical Engineering, Polytechnic Institute of Coimbra.
Rua Pedro Nunes, Quinta da Nora, 3030-199 Coimbra

ABSTRACT

Laser deposit welding based on modern ND-YAG lasers is a new mould repair process with advantages relatively to the traditional methods (Micro-plasma and TIG methods), namely deposition of small volumes of the filler material without distortion. Residual stresses play a major role on the fatigue and thermal-mechanical fatigue behaviour of welds. This paper presents the experimental results and numerical predictions of the residual stresses in joints manufactured with two hot-working tool steels: X.40.CrMoV.5.1 and 40.CrMnNiMo.8.6.4, in the laser-deposited layer and in the heat-affected zone. Welded specimens were prepared with U notches and filled with Nd-YAG laser welding deposits. Trough-depth residual stresses evaluation after laser deposit welding were performed in order to analyse the influence of the residual stress state on fatigue behaviour of mould steels. Both X-ray diffraction $\sin^2\gamma$ method (XRD) and incremental hole-drilling technique (IHD) were used in residual stress measurement. Numerical predictions of the residual stress distributions were obtained for several values of the technologic parameters, compared with experimental results and discussed based on the assumptions stated.

KEYWORDS: Residual stresses, Laser welding, Finite element method, Hole-drilling method, X-ray diffraction

1. INTRODUCTION

Mould producing is one of the more relevant Portuguese industries using high CAD/CAM technologies. The shape and manufacturing of tools for moulds are usually extremely exact and consequently very expensive. During moulds manufacturing, the correction of localized imperfections due to design or/and execution imperfections as well as tool marks is very frequent. Laser deposit welding, by using modern ND-YAG lasers, is a new repair process, very flexible, that have the advantage relatively to the traditional methods (Micro-plasma and TIG methods) of achieving less change of the metal composition around the repair zone. Moreover, it permits a very accurate deposition of a small volume of the filler material to the area chosen at the work-piece surface, without distortion, even in the case of a small thickness of 0.2 mm.

In a previous work [1-2], the authors observed that welded specimens, tested at $R=0.4$, presented a similar fatigue resistance to the correspondent non-welded specimens tested for the same stress ratio and also very close to the curve obtained with welded specimens for $R=0$. Residual stresses is probably the main factor

affecting this fatigue behaviour. The study presented in this paper pretends to clarify that behaviour.

Thermal cycles during welding operations always imply heterogeneous plastic deformation and microstructure modifications, leading to high residual stresses appearance. The residual stresses affect the mechanical performance of structural applications, therefore must be included in the design of components. The measurement or prediction of the residual stress state induced by the welding operations are therefore of great practical relevance.

This paper presents the experimental results and numerical predictions of the residual stresses in joints manufactured with two hot-working tool steels: X.40.CrMoV.5.1 and 40.CrMnNiMo.8.6.4, in the laser-deposited layer and in the heat-affected zone. Welded specimens were prepared with U notches and filled with Nd-YAG laser welding deposits. The melted material was the weaker region with lower values of hardness and higher tensile residual stresses. Through-depth residual stresses evaluation after laser deposit welding were performed in order to analyse the influence of the residual stress state on fatigue behaviour of mould steels. X-ray diffraction (XRD) was used to control the

residual stress state at material's surface layer and the incremental hole-drilling (IHD) was used to control the residual stress state at deeper material's layers. Numerical predictions of the residual stress distributions were obtained for several values of the technologic

parameters. Temperature dependent properties were used in these simulations. The experimental results and numerical predictions were compared and discussed based on the assumptions stated.

Table 1. Chemical composition of the analysed steels (weight %)

Mould Steel		C	Si	Mn	Cr	Mo	Ni	V
DIN	AISI							
X 40 CrMoV 5 1	H13	0.39	1.0	0.4	5.2	1.3	-	1.0
40 CrMnNiMo 8 6 4	P20	0.37	0.3	1.4	2.0	0.2	1.0	-

Table 2. Mechanical properties of the mould steels

Mould Steel		Tensile Strength, σ_{UTS} [MPa]	Yield Strength, σ_{YS} [MPa]	Elongation, ϵ_r [%]	Hardness HV
DIN	AISI				
X 40 CrMoV 5 1	H13	1990	1650	9	550
40 CrMnNiMo 8 6 4	P20	995	830	12	300

Table 3. Chemical composition of the filler material (weight %)

	C	Si	Mn	Cr	Mo	Ni	V	Fe
H13	0.15	1.5	2	20	-	7	-	Rest.
P20	0.25	-	1.4	1.6	0.3	-	0.4	Rest.

2. EXPERIMENTAL PROCEDURE

2.1. Material and specimens

Welded specimens were prepared with U notches and filled with laser welding deposits in order to simulate the repair of damaged tool surfaces. Figure 1 illustrates the major dimensions of the samples used in the tests. The radius of the U notch was 0.5 mm for welded specimens of H13 and P20 mould steels, respectively. Several laser-deposited layers were performed in the U notched specimens.

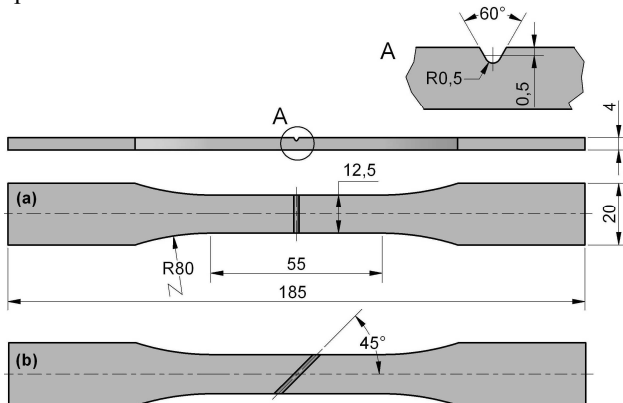


Figure 1. Geometry of base material specimens.

In this work, two base materials were used, namely hot-working tool steels X.40.CrMoV.5.1 (H13) and 40.CrMnNiMo.8.6.4 (P20). P20 steel was investigated

in the as received condition with quenching and tempering heat treatment, while H13 was quenched and tempered only after machining. The chemical composition and the main mechanical properties of these alloys are shown in tables 1 and 2, respectively. Because of its excellent combination of high toughness and resistance to thermal fatigue cracking H13 is used for more hot work tooling applications. P20 mould steel is a versatile, low-alloy tool steel that is characterized by good toughness at moderate strength levels. The X.40.CrMoV.5.1 (H13) steel is mainly used in the production of moulds for die casting processes of aluminium and magnesium alloys while the 40.CrMnNiMo.8.6.4 (P20) steel is used in the production of moulds for injection and blow of plastic products. After the conclusion of the laser deposit welding operation, the specimens were grinded to obtain a homogeneous specimen thickness and to avoid the effects of stress concentration.

2.2. Welding process

A Nd-YAG laser process was used in order to simulate the repair of damaged tool surfaces. Welding was conducted with an Nd-YAG laser system, HTS 180 Laser Tool, using a pulsating electric current with 6 Hz and 8 ms of impulse time. A filler wire with 0.4 mm diameter was used. The power was 63% of the maximum power (180 W), with a laser diameter of 0.6 mm. The chemical compositions of the filler materials are presented in table 3. An Air/He-mixture (5% He) with a flow of 0.6 l/min was used as shielding gas.

Figure 2 is a photo of the welding surface, showing the weld spots.

In order to characterise the welded joint and the Heated Affected Zone (HAZ) Vickers hardness profiles were obtained using a Struers Type Duramin-1 microhardness tester, with an indentation load of 2000 gf during 15 s, according to the ASTM E 348 standard [3]. The hardness profiles were obtained at the surface, along the direction normal to the laser-deposited material, close to the longitudinal center line of welded specimens.

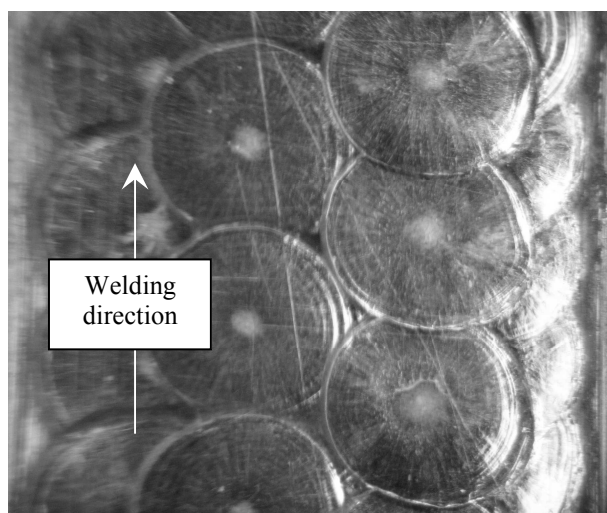


Figure 2. Geometry of base material specimens.

The measurements were performed and at each 0.25 mm, along 5 mm from both sides of the laser weld centre. From H13 steel hardness profile it was concluded that the filler material has a significant lower hardness than the parent material and that the thermal effects of the welding laser process induce a slight material hardening in the HAZ and that this zone is very narrow. A minimum of 230 HV was obtained near the middle of the weld joint and a maximum of 570 HV in the HAZ. The P20 steel hardness profile has a very different aspect: the parent material has a hardness of about 300 HV while the HAZ has a higher extension with a maximum of 520 HV; the filler metal has a minimum of 350 HV at the middle of the weld joint. The chemical composition of the fillers (currently used by the moulds industry) used for welding the two steel specimens is the main cause to explain the higher hardness values found in the P20 filler metal.

2.3. Measurement of residual stresses

In this work the incremental hole-drilling technique (IHD) and X-ray diffraction technique (XRD) were complementarily used to determine residual stresses induced by laser deposit welding, widely used in the moulding industry for mould repairing. $\sin^2\psi$ XRD method was used to determine the residual stress state at material surface, while IHD was applied to access the in-depth residual stress distribution. IHD method

basically consists of drilling a small hole in the surface of the test material and measuring the surface strain produced by the local stress relaxation induced by the hole (typically 1 to 5 mm diameter). Among the proposed residual stress evaluation procedures based on incremental drilling, the integral method (IM) is, theoretically, the more correct [4] and, therefore, selected to be used in this work.

For XRD analysis two kinds of radiation were used. For martensitic/ferritic phases, lattice deformations of the $\text{Fe-}\alpha$ {211} planes were determined, on a conventional Ψ -diffractometer for 25 Ψ -angles between $+39.2^\circ$ and -37.6° , using $\text{CrK}\alpha$ radiation. The residual stresses were calculated considering plan stress conditions using X-ray elastic constants (XEC) of $\frac{1}{2} S_2 = 5.832 \times 10^{-6} \text{ MPa}^{-1}$ and $S_1 = -1.272 \times 10^{-6} \text{ MPa}^{-1}$. For austenitic phases, lattice deformations of the $\text{Fe-}\gamma$ {311} were determined using $\text{MnK}\alpha$ radiation. In this case, the residual stresses were calculated considering $\frac{1}{2} S_2 = 7.036 \times 10^{-6} \text{ MPa}^{-1}$ and $S_1 = -1.597 \times 10^{-6} \text{ MPa}^{-1}$. The electrolytic removal technique enabled to determine the in-depth residual stress distribution using XRD.

For the IHD technique, high speed drilling equipment (RS 200, Vishay, Inc.) was used to perform a cylindrical blind hole [5]. Surface strain relief was measured by a three-element strain gauge rosette (ASTM type A, EA-06-031RE-120, Vishay, Inc.). In depth increments of 0.02-0.08 mm were used and the surface strain relief was measured after each depth increment, to about 1 mm below the surface. The typical hole diameter was about 0.9 mm. The gages were linked to a Spider8-30 measurement system (Höttinger, HBM, Gmh), using the three wires technique for a $\frac{1}{4}$ Wheatstone bridge connection. For the residual stress evaluation, a same mean Poisson coefficient of $\nu = 0.29$ was used for both phases, while a mean Young modulus of 210 GPa and 196 GPa was used, respectively, for the martensitic/ferritic steel and austenitic one. In all cases, the residual stresses were evaluated using the integral method [2]. All stress calculations were performed using the software GTR – Residual Stress Group Software [6], which has been developed by our research group (CEMDRX).

3. EXPERIMENTAL RESIDUAL STRESSES

In a previous work [1-2], the authors observed (see Fig 3) that welded specimens, tested at $R=0$, present a significant lower fatigue resistance than the correspondent non-welded specimens tested for the same stress ratio. There is no stress concentration because welded specimens have a plane surface in the laser weld deposit. Also, the finishing of both welded and non-welded specimens was the same. Therefore, the decrease of the fatigue strength observed in the welded specimens was explained in terms of other factors such as filler material mechanical properties, residual stresses or welding defects. However, the welded specimens, tested at $R=0.4$, presented a similar fatigue resistance to

the correspondent non-welded specimens tested for the same stress ratio and also very close to the curve obtained with welded specimens for $R=0$. We concluded that the residual stresses was probably the main factor affecting the fatigue behaviour and that the low level of planar defects obtained with the new welding parameters have only a small influence. The study presented in this paper pretends to clarify those fatigue results.

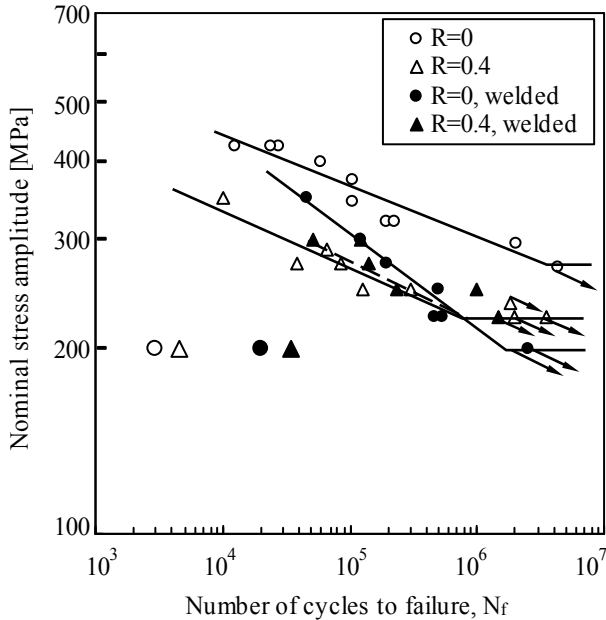


Figure 3. S-N curves for welded and non-welded specimens. P20 steel. $R=0$ and $R=0.4$. Weld angle $=0^\circ$.

Fig 4 shows the distribution of the superficial residual stresses in the P20 steel specimens, determined by XRD, along longitudinal and cross directions of the specimen..

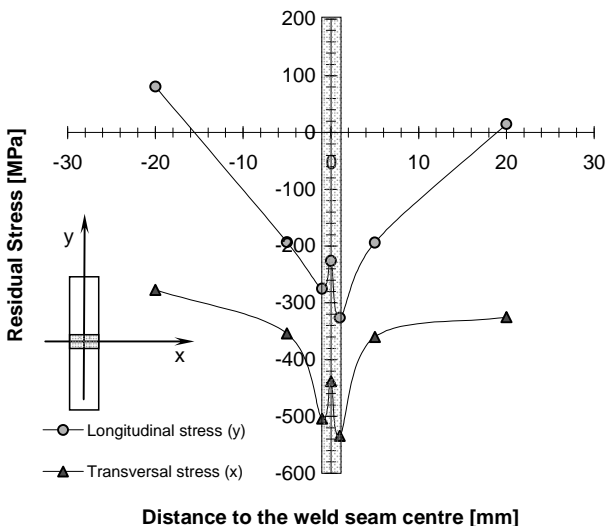


Figure 4. Residual stress distribution at material surface, in longitudinal and cross directions, of P20 steel specimens.

The specimens were only grinded after laser deposit welding operation. Apparently the specimens have a beneficial residual stress state, since the normal residual stresses are compressive in both directions. However, this final state only occurs in the surface layer and was induced by the grinding procedure, as it will be shown in the following. It should be remembered the lower penetration depth of X-ray radiation on metallic materials, in the most usually cases. For example, on steel materials, the penetration depth of Cr radiation is only about $5\text{ }\mu\text{m}$.

IHD was also applied to the same specimen in the centre of the weld seam, enabling to determine the in-depth residual stress distribution. Fig 5 shows the typical radial surface strain relaxation obtained during IHD, at the centre of the weld seam. Negative strain relaxation values will imply tensile residual stresses, apparently in contradiction to the XRD residual stress results presented in Fig. 4. Also, similar strain values were obtained in the three directions, meaning that the residual stress state is almost equi-biaxial.

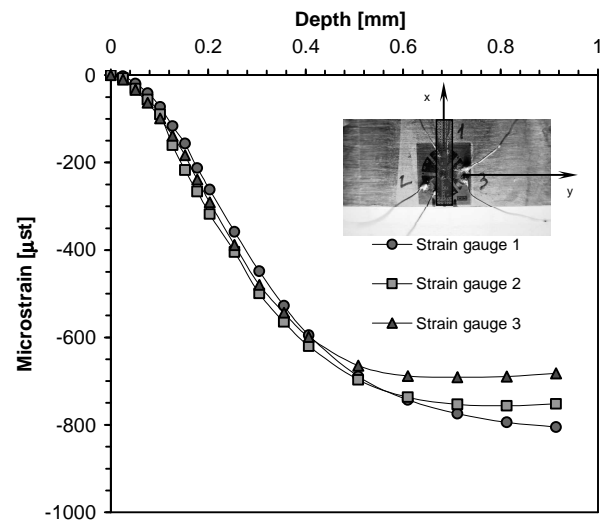


Figure 5. In-depth evolution of radial surface strain relief during hole-drilling in P20 steel at weld seam centre, after grinding.

Using the integral method, the in-depth residual stress distribution could be determined, from the strain-depth relaxation and the results are presented in Fig 6. It is clear that the weld seam is subjected to high tensile residual stress state, especially if no heat treatment for stress relaxation is applied. The obtained values, at depths greater than $200\text{ }\mu\text{m}$, are of the same magnitude level of material's yield stress, as Fig. 6a shows. Fatigue tests confirmed that the fatigue cracks occurred always in the weld seam and initiated always just below the surface. This behaviour is clearly justified by the in-depth residual stress profiles determined in this study. It should also be mentioned that IHD did not detect the compressive residual stresses determined by XRD at material's surface. In fact, minimum depth increment

that can be used during IHD is around 20 μm and the evaluation procedures can only determine a mean residual stress value for each depth increment. In addition, there is always a small influence of surface roughness on the determination of the first depth increment. In Fig. 6b a similar distribution can be observed, but the material presents lower stress values. This behaviour could be expected since, in this case, the specimen, after grinding, was subjected to heat treatment for residual stress relaxation. Residual stress in the surface near layers was not completely relieved, after the heat treatment, but it was substantially reduced.

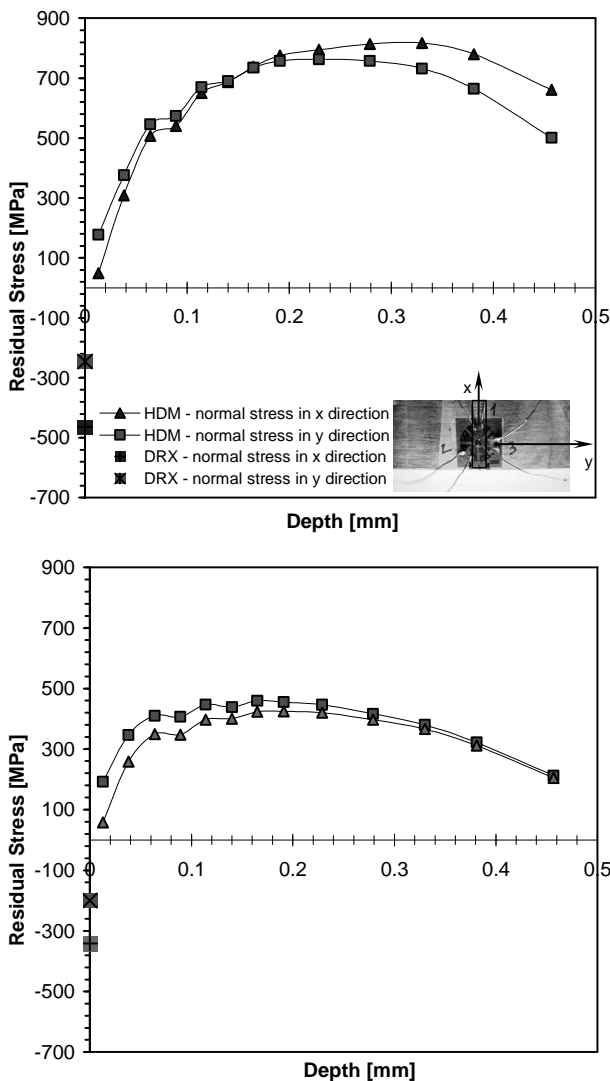


Figure 6. In-depth distribution of residual stresses in P20 steel, at weld seam centre. a) Without heat treatment for stress relaxation b) After heat treatment.

The same procedure was applied to H13 steel specimens. However, in this case, lower residual stresses magnitude was, in general, found. These results have been confirmed by both techniques, XRD and IHD. It is certainly due to the different mechanical properties presented by both materials. Fig. 7 shows the residual

stress results determined in H13 steel grinded specimens, without the application of any stress relaxation treatment

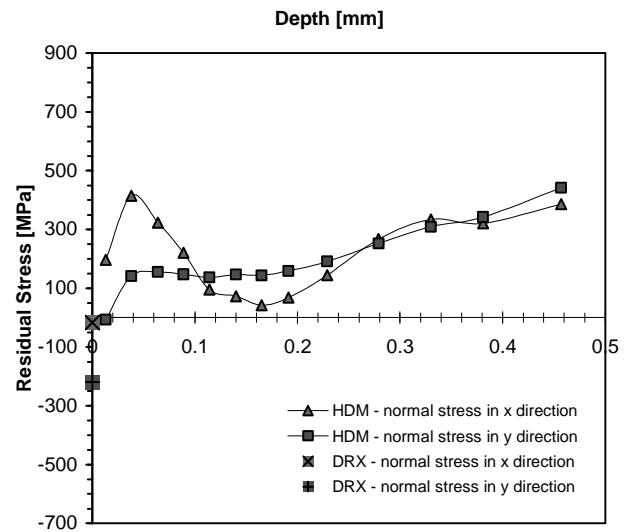


Figure 7. Residual stress evaluation in H13 steel grinded specimens. In-depth residual stress distribution.

4. NUMERICAL PREDICTION

4.1. Numerical model

The complexity of the physical situation raises several difficulties in the development of the model. Main challenging aspects are:

- the progressive addition of material associated with the multi pass welding. The material is added progressively along the thickness;
- the complex input of energy, highly localized, and progressively along the thickness;
- the variation of main material properties with temperature; the modifications of material microstructure; the liquid-solid change, the solid phase changes.

The defined model assumes that thermal conduction is the main mechanism. Additional simplifications relatively to real situation were: the solid phase changes were not considered; the influence of deformation on the thermal dynamics was neglected.

The geometry considered in the numerical model reproduced the real geometry. However, a thickness $B=0.1$ mm was assumed along with plane strain state. Figure 8 illustrates the finite element mesh, composed of 1496 3d bi-linear isoparametric elements and 3200 nodes.

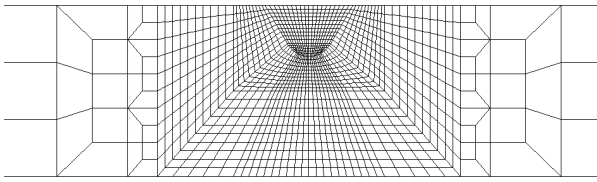


Figure 8. Finite element mesh.

4.2. Numerical results

Figure 9 presents preliminary results from a simplified model, which assumes that all the weld material is deposited at the same time and has an initial temperature of 700°C. Compressive residual stresses are obtained at the weld seam centre, which are explained by material contraction due to temperature decrease.

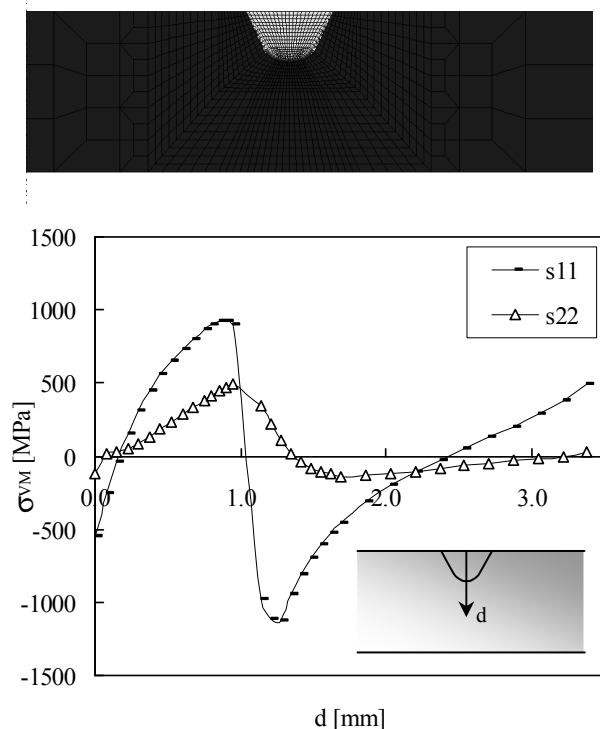


Figure 9. In-depth residual stresses at the weld seam centre (linear elastic behaviour, $t=1s$, $T_0=700^\circ\text{C}$, plane strain).

The model does not reproduce real welding procedure, namely in terms of multi pass welding process, pulsed energy input mode, microstructure dependent of both mechanical and thermal properties. A more complex model is been implemented in order to consider these factors.

5. CONCLUSIONS

Residual stresses induced by laser deposit welding were evaluated by incremental hole-drilling (IHD) and X-ray diffraction (XRD). Surface residual stress distribution, as well as through the thickness residual stresses at the center of the small weld seam, were determined.

Coherent and reproducible strain relaxation curves were obtained during IHD and only apparent contradictory results, determined by both techniques, were observed. In fact, high tensile residual stresses were induced by the laser deposit welding operation. However, the final grinding procedure, necessarily applied to produce the fatigue test specimens, induced a very high stress gradient at surface near layers. This strong stress gradient is not detectable by IHD, which can only determine mean stress values in 20 μm minimum depth increments. The use of XRD enabled the residual stresses at material's surface to be determined, due to its small penetration depth in metallic materials. Therefore, both techniques were satisfactory used as a complement of each other.

The high tension values obtained for the residual stresses in the weld deposit, promotes an increase of the effective mean stress, which explain the fatigue results obtained by the authors in a previous work.

ACKNOWLEDGEMENTS

The authors acknowledge the financial support of POCI programme, project POCI/EME/55918/2004, and Anibal H. Abrantes S.A. company for providing the specimens and for performing the laser welds.

REFERENCES

- [1] L.P. Borrego, J. T. B. Pires, J.D.M. Costa e J.A.M. Ferreira, Moulds Repaired by Laser Welding, submitted to *Engineering Failure Analysis*.
- [2] L.P. Borrego, J. T. B. Pires, J.D.M. Costa e J.A.M. Ferreira, Moulds Repaired by Laser Welding, *XXIV Encuentro del Grupo Español de Fractura*, pp. 81-86, Burgos, 21-23 de Março de 2007.
- [3] American Society for Testing and Materials. *Standard test method for microhardness of materials*. Annual Book of ASTM Standards 2000: vol. 03.01, ASTM E 384.
- [4] Schajer, G., Flaman, M.T., Roy G. and Lu, J., "Hole-Drilling and Ring Core Methods", Handbook.
- [5] Vishay, Tech. Note TN-505, at www.vishay.com, 2007.
- [6] Nobre, J.P., Dias, A.M., Domingos, A.J., Morais, R. and Reis, M.J., "A Windows-based Software Package to Evaluate Residual Stresses by the Incremental Hole-Drilling Technique", accepted for publication in *Computer Applications in Engineering Education*, John Wiley & Sons, 2006.

FATIGUE CRACK GROWTH IN ALUMINIUM ALLOYS

L. P. Borrego¹, J. M. Costa², F.V. Antunes² and J. M. Ferreira²

¹ Department of Mechanical Engineering, Instituto Superior de Engenharia de Coimbra, IPC,
Rua Pedro Nunes, 3030-199 Coimbra, Portugal. E-mail: borrego@isec.pt

² Department of Mechanical Engineering, University of Coimbra, Polo II, Pinhal de Marrocos,
3030-201 Coimbra, Portugal. E-mail: martins.ferreira@dem.uc.pt, jose.domingos@dem.uc.pt

ABSTRACT

Fatigue crack propagation tests have been performed in several heat-treated aluminium alloys under constant amplitude loading. All experiments were performed, in load control, in a servo-hydraulic closed-loop mechanical test machine. The tests were carried out using Middle Tension, M(T), specimens. The influence of stress ratio and thickness were analysed. Crack closure was monitored in all tests by the compliance technique using a pin microgauge. A strong stress ratio and material dependence effects on the fatigue crack growth were observed. These effects are discussed in terms of the different dominant closure mechanism. The crack growth behaviour of heat-treated aluminium alloys depends mainly on whether the dominant closure mechanism is plasticity-induced or roughness-induced. The enhancement of roughness-induced closure promotes higher crack growth resistance in these alloys. Roughness-induced closure dominates crack closure in aluminium alloys age hardened by naturally ageing and also artificially aged alloys with higher contents of Mn and Cr elements. In alloys aged hardened by artificially ageing and simultaneously with a lower content of these alloying elements plasticity-induced closure is dominant.

KEYWORDS: Aluminium alloys, Crack propagation, Crack closure.

1. INTRODUCTION

Crack closure has played a central role in the study of fatigue crack propagation. A large number of researches have made attempts to understand the influence of the mean stress on the fatigue crack growth rate based on the crack closure argument (e.g. [1, 2]).

Except for high stress ratios or high ΔK values, the fatigue crack growth can be affected more or less by the crack closure induced by plasticity in the two-parameter crack growth rate relation zone, Paris regime, or by oxidation and surface roughness in the near threshold regime. The influence of mean stress on the fatigue crack growth rate has been explained with success by the crack closure using the normalized load parameter U [2].

It is generally accepted that fatigue crack growth in the Paris regime is only weakly dependent on the materials microstructure when represented against ΔK_{eff} [3]. However, when da/dN is plotted against ΔK a number of examples of microstructure-dependent fatigue crack growth were reported in the literature (e.g. [3-5]).

In a work of Bergner and Zouhar [4] crack growth rates of various aluminium alloys were observed to vary by a factor of about 20 at some values of ΔK . They suggests the presence of material dependent effects of crack closure and environment to explain that discrepancies.

Fatigue crack growth in Al-Mg-Si alloys can be highly influenced by the dispersoid content due to Mn or Cr being present [6] as well as by the type of age hardening heat-treatment [4-6].

In all cases, accordingly with Bergner and Zouhar [4], the crack growth behaviour depends mainly on whether an alloy presents plasticity-induced crack closure only, or additionally other retarding mechanisms such as roughness-induced closure [5,6].

The present work intends to analyse the fatigue crack propagation in heat-treated aluminium alloys. For this purpose, fatigue crack propagation tests have been performed in 2017-T4 aluminium alloy as well as in 6082-T6 aluminium alloys with different Mn and Cr contents. The influence of stress ratio and thickness is analysed.

2. EXPERIMENTAL DETAILS

This research was conducted using AlCuMgSi (2017) aluminium alloy with a T4 heat treatment as well as AlMgSi1 (6082) aluminium alloys with a T6 heat treatment. The T4 and the T6 treatments are full heat treatment processes comprising the operations of solution treatment, quenching and age-hardening. The age-hardening of the T4 heat treatment is performed at

room temperature (naturally ageing) while in T6 is performed by artificially ageing (160 °C during 10 hours for 6082 aluminium alloy).

The alloys' chemical composition and mechanical properties are shown in Tables 1 and 2, respectively. Alloys 6082-T6 (A) and 6082-T6 (B) differ mainly in the manganese and chromium contents.

Table 1. Chemical composition of the analysed alloys (weight %).

Alloy	Si	Mg	Mn	Fe	Cr	Cu
2017-4	0.50	0.60	0.70	0.40	0.10	4.00
6082-T6 (A)	1.05	0.80	0.68	0.26	0.01	0.04
6082-T6 (B)	0.98	1.08	0.90	0.32	0.25	0.07

Table 2. Mechanical properties of the aluminium alloys.

Alloy	σ_{UTS} [MPa]	σ_{YS} [MPa]	ϵ_r [%]
2017-T4	427	272	22
6082-T6 (A)	300±2.5	245±2.7	9
6082-T6 (B)	290±1.9	250±2.4	12

Fatigue tests were undertaken, in agreement with ASTM E647 [7] standard, using middle-tension, M(T), specimens. For 2017-T4 aluminium alloy 1.8 and 10 mm thickness specimens were used. The thickness of 6082-T6 aluminium alloy specimens was 3 mm (alloy A) and 6 mm (alloy B). The specimens were obtained in the longitudinal transverse direction from a laminated plate. Fig. 1 illustrates the major dimensions of the samples used in the tests. The notch preparation was made by electrical-discharge machining. After that, the specimen surfaces were mechanically polished.

All experiments were performed in a servohydraulic, closed-loop mechanical test machine with 100 kN capacity, interfaced to a computer for machine control and data acquisition. All tests were conducted in air and room temperature, at a frequency of 20 Hz and a stress ratio of 0 or 0.4. The specimens were clamped by

hydraulic grips. The crack length was measured using a travelling microscope (45X) with an accuracy of 10 µm. Collection of data was initiated after achieving an initial crack length $2a_0$ of approximately 12 mm. The tests were performed in load control mode. Crack growth rates were determined by the incremental polynomial method using five consecutive points [7]

Load-displacement behaviour was monitored at specific intervals throughout each of the tests using a pin microgauge elaborated from a high sensitive commercial axial extensometer (± 0.625 mm of maximum displacement), as illustrated in Fig. 2(a). The gauge pins were placed in two drilled holes of 0.5 mm diameter located above and below the centre of the notch (Fig. 2b). The distance between these holes was 3.5 mm. In order to collect as many load-displacement data as possible during a particular cycle, the frequency was reduced to 0.5 Hz. Noise on the strain gauge output was reduced by passing the signal through a 1 Hz low-pass mathematical filter.

Variations of the opening load, Pop , were derived from these records using the technique known as maximization of the correlation coefficient [8]. This technique involves taking the upper 10% of the P- δ data and calculating the least squares correlation coefficient. The next data pair is then added and the correlation coefficient is again computed. This procedure is repeated for the whole data set. The point at which the correlation coefficient reaches a maximum can then be defined as Pop .

The fraction of the load cycle for which the crack remains fully open, parameter U , was calculated by the following equation:

$$U = \frac{K_{max} - K_{op}}{K_{max} - K_{min}} \quad (1)$$

where K_{max} , K_{min} , and K_{op} are the maximum, minimum and crack opening stress intensity factor, respectively. The values of the effective K range parameter, ΔK_{eff} , were then calculated by the expression:

$$\Delta K_{eff} = K_{max} - K_{op} = U \Delta K \quad (2)$$

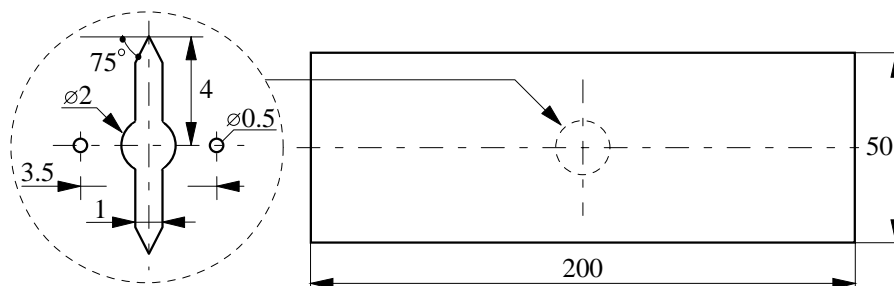


Figure 1. Geometry of the M(T) specimen used (dimensions in mm).

The fatigued fracture surfaces roughness was evaluated. The laser equipment Mahr RM600-3D was used for these measurements. The optical distance sensor works with an infrared laser whose beam is focused on the surface of the sample. The size of the spot is 1 μm and the resolution of the equipment is 0.01 μm . The geometry of the surface of fatigue specimens was determined through analysis of profiles of the fracture surface, parallel to the main crack propagation direction.

3. RESULTS AND DISCUSSION

The influence of stress ratio and thickness on the fatigue crack growth rate for aluminium alloy 2017-T4 can be seen in Fig. 2. The data was obtained using specimen thickness of 1.8 and 10 mm tested at stress ratios of $R=0$ and $R=0.4$. The fatigued fracture surface of the 10 mm thickness specimen tested under $R=0$ is superimposed in the figure for comparison.

A strong R -ratio effect on the fatigue crack growth rate was observed for 1.8 mm thickness specimens. The same behaviour was also observed for 10 mm thickness specimens, but only for ΔK values lower than 9 $\text{MPa m}^{1/2}$. The crack growth rate da/dN generally increases with the stress ratio R . For aluminium alloy 6082-T6 only a moderate R -ratio is generally observed as reported in previous work [9].

Fig. 2 shows that specimen thickness has no significant influence in the crack growth behaviour of this alloy except for $R=0$ and for ΔK values above 9 $\text{MPa m}^{1/2}$.

Indeed the crack growth behaviour observed for the 10 mm thickness specimen tested at $R=0$ is quite uncommon. This behaviour was so unexpected that two more testes were performed under the same condition, which showed similar trends and thus confirmed the crack growth rates depicted in Fig. 2. The crack growth rate curve for the 10 mm thickness under $R=0$ presents three distinct regions. Initially, for ΔK values lower than 9 $\text{MPa m}^{1/2}$, da/dN values are similar to the crack growth rates observed for 1.8 mm thickness specimen tested at the same R . Then a transition period is observed for ΔK values between 9 and 10 $\text{MPa m}^{1/2}$. Finally, for ΔK values above 10 $\text{MPa m}^{1/2}$, the crack growth rates present approximately the same values as the ones obtained for $R=0.4$.

This behaviour is attributed to the abrupt change of the propagation mechanisms in this test condition, which promotes initially a fatigued fracture surface of higher roughness and then a lower roughness surface zone as observed in Fig. 3 (see also Fig. 2). Therefore, for ΔK values lower than 9 $\text{MPa m}^{1/2}$, a high level of roughness induced closure, which promotes higher crack growth resistance, must be expected as indeed observed in Fig. 4.

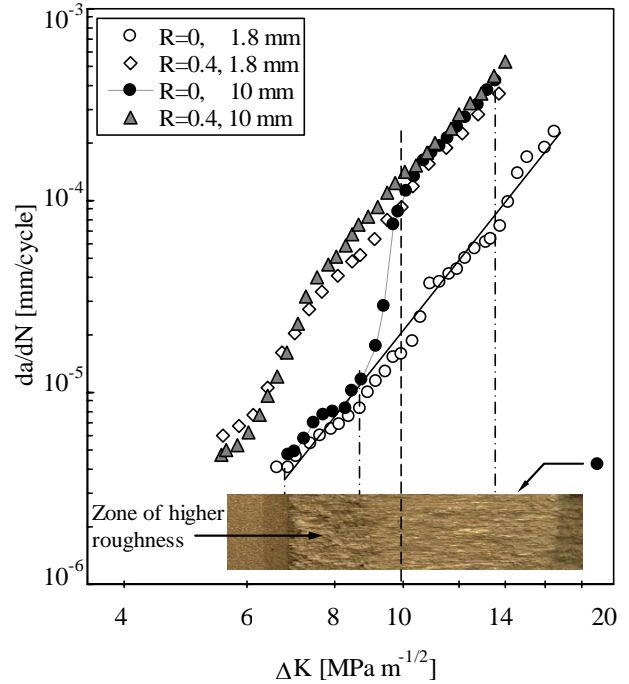


Figure 2. Effect of stress ratio and specimen thickness on fatigue crack growth rate for alloy 2017-T4.

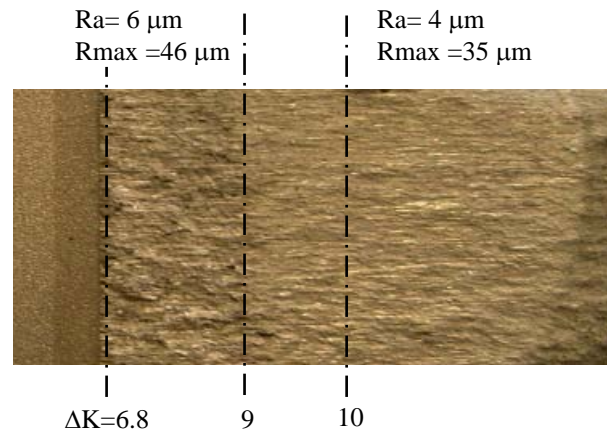


Figure 3. Image of fatigued fracture surface of 10 mm thickness specimen tested under $R=0$. ΔK values in $\text{MPa m}^{1/2}$.

As fatigue crack growth rate has shown stress ratio dependence, a crack closure analysis was carried out to correlate the results with ΔK_{eff} . The crack closure level can be represented by plotting the normalised load ratio parameter U , defined by Eq. (1), as a function of ΔK as depicted in Fig. 4 for aluminium alloy 2017-T4.

The values of U increased with R , i.e., the crack closure level decreased with the stress ratio. Moreover, for $R=0$ parameter U decreases with decreasing ΔK , i.e., the crack closure level is more important for low ΔK values. At $R=0.4$ there is no crack closure ($U=1$) for ΔK values above approximately 7 $\text{MPa m}^{1/2}$. However, for ΔK values lower than 7 $\text{MPa m}^{1/2}$ U dropped steeply with

decreasing ΔK . This behaviour is related to the increase of crack closure which is promoted by oxidation and surface roughness in the near threshold regime.

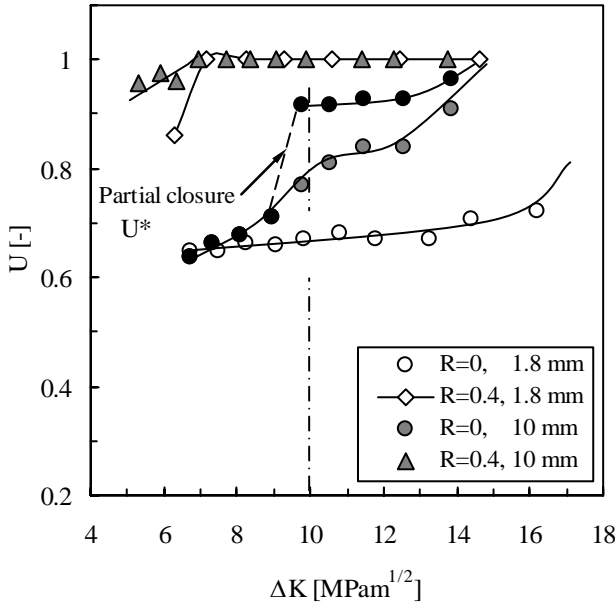


Figure 4. Influence of the stress ratio on the crack closure level for alloy 2017-T4.

However there is a significant discrepancy between the crack closure level depicted in Fig. 4 for 10 mm thickness specimens and the correspondent crack growth rates presented in Fig. 2 for ΔK values approximately above $10 \text{ MPa m}^{1/2}$. It is proposed that this discrepancy is mainly due to the phenomenon of partial closure, i.e., the premature contact between crack faces in the initially high roughness zone while the crack faces are still open near the crack tip located in the region of lower roughness (see Fig. 3). Therefore, a significant contribution to fatigue damage occurs in the load range below the opening load when measured remotely from the crack tip by the compliance technique.

The phenomenon of partial closure, can be taking into account by the following simple expression [10].

$$U^* = \frac{K_{max} - \frac{2}{\pi} K_{op}}{K_{max} - K_{min}} \quad (3)$$

The values of U^* , calculated for ΔK values above $10 \text{ MPa m}^{1/2}$ by Eq. (3), are also superimposed in Fig. 4. However the crack closure level is still too high in comparison with the da/dN trends observed in Fig. 2. This behaviour can be explained by the stress state expected for this thickness because for higher thicknesses plane strain prevails and, therefore, the crack faces contact happens only in a small region near the specimen surfaces.

The change of effective stress intensity factor ΔK_{eff} can be calculated from U and ΔK according to Eq. (2). The objective is to investigate whether the crack closure by itself permits the reduction of all the da/dN - ΔK curves depicted in Fig. 2 to a unique curve da/dN - ΔK_{eff} independent of stress ratio and specimen thickness. Fig. 5 shows the da/dN - ΔK_{eff} data for aluminium alloy 2017-T4 for the 1.8 and 10 mm thicknesses at the two stress ratios $R=0$ and $R=0.4$ analysed. For the 10 mm thickness specimen at $R=0$ parameter U^* was used for $\Delta K > 10 \text{ MPa m}^{1/2}$, but the results obtained without taking into account the partial closure phenomenon are also superimposed in the figure (grey circles) for comparison.

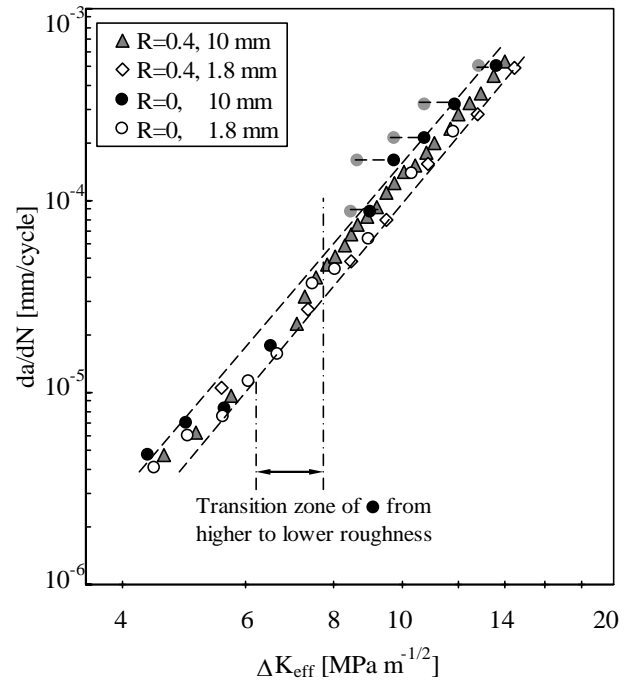


Figure 5. Fatigue crack growth rate versus ΔK_{eff} for aluminium alloy 2017-T4.

The fatigue crack growth rate data tend to fall within a very narrow scatter band when da/dN is plotted against ΔK_{eff} according to

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

Therefore, crack closure by itself permits the reduction of all the da/dN - ΔK curves to a unique curve da/dN - ΔK_{eff} independent of the stress ratio R and thickness once crack closure effect is accounted for. The parameters C and m of Eq. (4) obtained for aluminium alloy 2017-T6 are $5.461 \times 10^{-9} [\text{mm/cycle}, \text{MPa m}^{1/2}]$ and 4.35, respectively. These parameters were obtained of a correlation coefficient of 0.987.

Fig. 6 compares the crack growth behaviour of alloy 2017-T4 at the stress ratio of $R=0$ with data for alloys 6082-T6(A) and 6082-T6(B) obtained in a previous

work [9] This figure shows that crack growth rates for alloy 2017-T4 are significantly lower than that for alloy 6082-T6(A), and are slightly higher than the ones obtained for alloy 6082-T6(B).

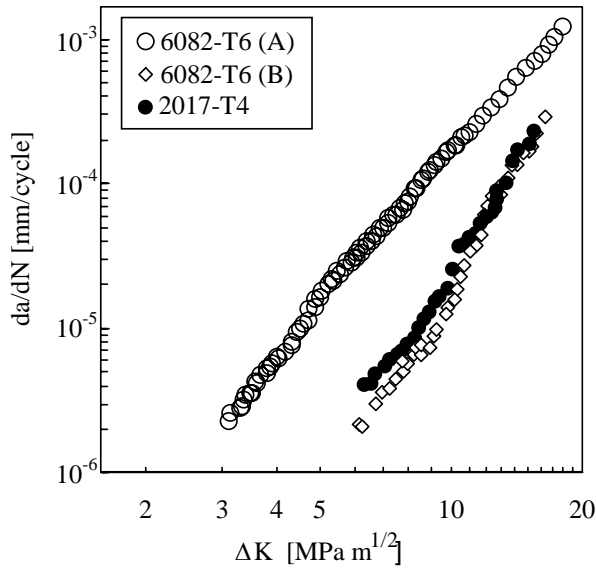


Figure 6. Fatigue crack growth rates for different heat-treated aluminium alloys at $R=0$.

Fig. 7 presents the variation of K_{op}/K_{max} as a function of ΔK at $R=0$ for all the alloys. This figure shows that the crack closure data are in accordance with the observed variation in the crack growth rates presented in Fig. 6, i.e., higher closure levels for lower da/dN values.

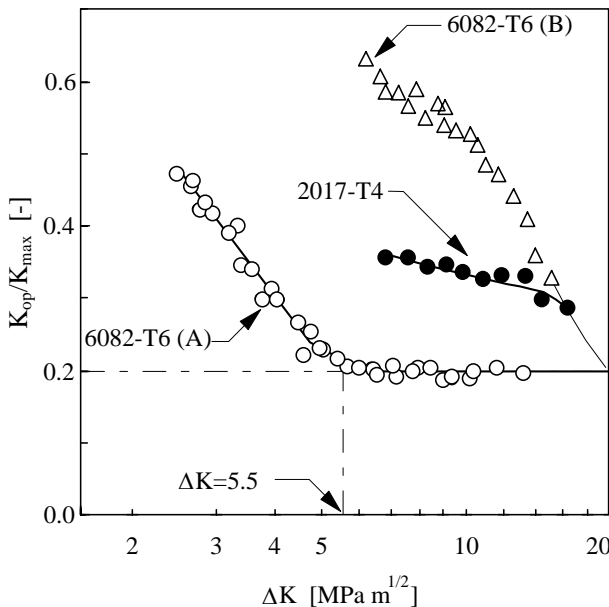


Figure 7. Crack closure data for aluminium alloys. $R=0$.

Fig. 7 also shows that in general K_{op}/K_{max} decreases steeply as ΔK increases until a minimum K_{op}/K_{max} value of approximately 0.2 is attained, after which this ratio remains basically constant. For alloy 6082-T6(A) the constant K_{op}/K_{max} ratio is achieved at $\Delta K=5.5 \text{ MPa m}^{1/2}$. For higher values of ΔK closure values are generally

independent of ΔK . For alloys 6082-T6(B) and 2017-T4 this condition was not attained. From the trend of the curve for these alloy, $K_{op}/K_{max}=0.2$ is estimated to occur only after $\Delta K=20 \text{ MPa m}^{1/2}$.

Images of the fatigued fracture surface of M(T) specimens tested at $R=0$ for the three alloys are compared in Fig. 8. It can be clearly seen that alloys 2017-T4 and 6082-T6(B) have a considerable more irregular surface topography than alloy 6082-T6(A). The surface roughness of the fatigued fracture surfaces was also evaluated. The values of R_a and R_{max} are superimposed in Fig. 8.

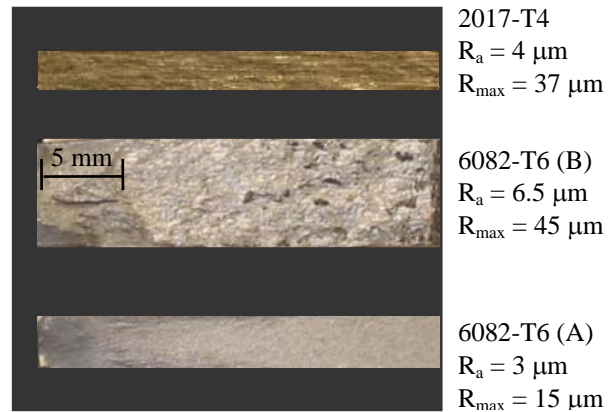


Figure 8. Images of specimens fatigued fracture surfaces.

Although the roughness is characterized by a significant scatter, alloy 6082-T6(B) presented a relative higher roughness in comparison to alloy 2017-T4. Furthermore, these measurements showed that for alloys 2017-T4 and 6082-T6(B) the mean values of R_{max} were at least 2 and 3 times higher, respectively, in comparison to alloy 6082-T6(A), suggesting an effect of roughness in the high crack closure level observed for these alloys.

In the work of Bergner *et al* [5] aluminium alloys were classified in two distinct groups. One of the groups (denoted "I") is characterised by approximately equal crack growth rates at $\Delta K_0=10 \text{ MPa m}^{1/2}$, of about $(1.65 \pm 0.45) \times 10^{-4} \text{ mm/cycle}$. In contrast, the other group (denoted "II") is characterised by varying da/dN at ΔK_0 . Crack growth rates of group II are always lower than those observed for group I. They propose that the main criterion of differentiation between the alloys of groups I and II is whether an alloy shows, respectively, plasticity-induced closure only or additionally other retarding mechanisms such as roughness-induced closure.

Due to the higher degree of coherency of the main strengthening precipitates with the aluminium lattice for naturally aged conditions, they are mainly sheared by dislocations promoting planar slip conducting to a higher roughness due to an extensive crack deflection.

Therefore, the naturally aged aluminium alloys are classified in group II [5]. Artificially aged conditions such as T6, having a lower coherency of its precipitates with the aluminium lattice, a lower crack deflection and roughness are expected because a significant fraction of precipitates are looped or bypassed. Thus, they are included in group I [5].

Fig. 5 shows that alloy 6082-T6(A) being in artificially aged condition T6 and alloy 2017-T4 being in naturally aged condition T4 are agreement of the above statements, as they present crack growth rates of approximately 1.69×10^{-4} and 2×10^{-5} mm/cycle at $\Delta K_0 = 10 \text{ MPa m}^{1/2}$, respectively. However, alloy 6082-T6(B), although being in the same artificially aged condition T6 as alloy 6082-T6(A), has significantly lower values of da/dN at ΔK_0 , approximately 7.5×10^{-6} mm/cycle, respectively, being better included in group II.

The basic distinction between the 6082-T6 alloys analysed in this work is the amount of Mn and Cr added as dispersoid-forming elements. Although, some influence of the age hardening heat-treatment cannot be discharge, the lower crack growth rates observed for alloy 6082-T6(B), in comparison to 6082-T6(A), can be mainly attributed to the higher dispersoid content in alloy 6082-T6(B). This effect enhances roughness-induced crack closure and, thus, improves the fatigue properties [6].

Therefore, it is suggested that distinct closure mechanisms must exist in the alloys. For alloy 6082-T6(A) plasticity and roughness-induced crack closures must be present, being the last significant only near threshold. For the other alloys roughness-induced closure must also be dominate in the Paris regime.

4. CONCLUSIONS

From the experimental study on fatigue crack growth behaviour in several heat-treated aluminium alloys the following concluding remarks can be drawn:

1. A strong stress ratio and material dependence effects on the fatigue crack growth were observed
2. Specimen thickness has no significant influence in the crack growth behaviour of alloy 2017-T4.
3. For alloy 2017-T4 crack closure by itself permits the reduction of all the propagation curves to a unique curve $da/dN - \Delta K_{eff}$ independent of the stress ratio and thickness once crack closure effect is correctly accounted for.
4. The crack growth behaviour of heat-treated aluminium alloys depends mainly on whether the dominant closure mechanism is plasticity-induced or roughness-induced. The enhancement of roughness-induced closure promotes higher crack growth resistance in these alloys.

5. In the alloy 6082 age hardened by artificially ageing and simultaneously with a lower content of Mn and Cr elements plasticity-induced closure is dominant.

6. Roughness-induced closure dominates crack closure in alloys age hardened by naturally ageing and also artificially aged 6082 alloys with higher contents of Mn and Cr elements.

ACKNOWLEDGMENTS

The authors would like to acknowledge POCTI programme, project POCTI/EME/47022/2002.

REFERENCES

- [1] Blom A.F. and Holm D.K. An experimental and numerical study of fatigue crack closure. *Engng Fract Mech* 1985; 22: 997-1011.
- [2] Elber W. The significance of fatigue crack closure. In: *Damage Tolerance in Aircraft Structures*, ASTM STP 486. Philadelphia: American Society for Testing and Materials, 1971, pp. 230-242.
- [3] Petit J. and Mendez J. Some aspects of the influence of microstructure on fatigue resistance. *Fatigue '96: Proceedings of the Sixth International Fatigue Congress*, Vol. I. Lutjering G, Nowack H, editors. Oxford: Pergamon, 1996, pp. 15-26.
- [4] Bergner F. and Zouhar G. A new approach to the correlation between the coefficient and the exponent in the power law equation of fatigue crack growth. *Int J Fatigue* 2000; 22: 229-239.
- [5] Bergner F., Zouhar G. and Tempus G. The material-dependent variability of fatigue crack growth rates of aluminium alloys in the Paris regime. *Int Jnl Fatigue* 2001; 23: 383-394.
- [6] Scheffel R, Detert K. Near threshold crack propagation and crack closure in Al-Mg-Si alloys with varying manganese concentration. In: *Fracture Control of Engineering Structures. ECF6: Proceedings of the Sixth European Conference on Fracture*, Vol. III. Van Elst HC, Bakker A, editors. UK: EMAS publications, 1986, pp. 1511-1521.
- [7] American Society for Testing and Materials. Standard test method for microhardness of materials. *Annual Book of ASTM Standards* 2000: Volume 03.01, ASTM E 647
- [8] Allison J. E. Ku R. C. and Pompetzki M. A. "Mechanics of fatigue crack closure", *ASTM STP* 982, 171-185 (1988).
- [9] Borrego L.P., Costa J.M., Silva S. and Ferreira J.M. Microstructure dependent fatigue crack growth in aged hardened aluminium alloys. *Int J Fatigue* 2004; 26: 1321-1331.
- [10] Paris P.C., Tada H. and Donald J.K. Service load fatigue damage – a historical perspective. *Int J. Fatigue* 1999;21(Suppl.): S35-S46.

REPARACIÓN ESTRUCTURAL DE LA ALEACIÓN DE ALUMINIO 2024-T3 MEDIANTE PARCHES DE GLARE

A. Monsalve¹, D. Peña², A. Artigas¹

(1) Dpto. Ingeniería Metalúrgica, Facultad de Ingeniería, USACH, Santiago, Chile

amonsalv@usach.cl

(2) Academia Politécnica Aeronáutica, Gran Avenida, P. 36 ½, Santiago, Chile

RESUMEN

Se propone una reparación estructural sobre la base de un parche de Glare, para placas de la aleación de aluminio 2024 T3, preagrietadas a fatiga. Se utilizaron probetas del tipo CT de acuerdo a la norma ASTM E647 y 2 mm de espesor, las que fueron sometidas a cargas cíclicas a una frecuencia de 100 Hz en una máquina de fatiga resonante. Se generó una pregrieta de 5 mm de longitud tras lo cual se sometió el material a una reparación mediante un parche de Glare de 20x40 mm, unido a través de un adhesivo estructural al sustrato, utilizando Glare. Luego, se contabilizaron los ciclos necesarios para producir un crecimiento de grieta de 15 mm, a las distintas cargas aplicadas. Los resultados se expresaron a través de curvas esfuerzo - número de ciclos, encontrándose que la reparación es capaz de mejorar la resistencia a la fatiga de la aleación en las distintas configuraciones de parches estudiadas, esto es, parche simétrico (ambos lados de la probeta), asimétrico (un solo lado de la probeta) y stop-hole. Finalmente se realizó un estudio por microscopía electrónica de barrido de la superficie de fractura, encontrándose zonas de microfragilidad y de microductilidad. La metodología de reparación propuesta muestra ser una alternativa válida para reparaciones que tengan que ser forzosamente realizadas en terreno y con poca infraestructura de apoyo.

ABSTRACT

A structural repair using GLARE patches on precracked 2024 T3 aluminum alloy sheets is proposed. CT samples in accordance with ASTM E 647 standards and a thickness of 2 mm were used. They were submitted to cyclic loads at a frequency of 100 Hz in a resonant fatigue machine. A 5 mm precrack was induced on the samples, after which the samples were repaired with GLARE patches of 20x40 mm, using a structural adhesive to join the patches to the substrate. The number of cycles to increase the crack length to 15 mm at different loads was counted. The results were expressed as a stress-number of cycle curves. It was found that repair increases fatigue resistance of the alloy with the different kinds of repair studied, that is, a symmetric patch (both sides of the sample), an asymmetric patch (one side of the sample) and stop-holes. Finally, a scanning electronic microscopy study of the fracture surface was carried out, finding micro ductile and micro fragile zones. The methodology of repairing could be a valid alternative of repair for those cases in which repair must be made in situ, with no maintenance facilities.

PALABRAS CLAVE: Glare, reparación, fatiga, aluminio 2024.

1. INTRODUCCIÓN

El Glare (Glass Reinforced Laminate) es un material compuesto de láminas de fibra de vidrio de alta resistencia y láminas de aluminio, unidas mediante una resina epóxica. De acuerdo a la cantidad de láminas que lleve, se pueden tener varias configuraciones, tal como se muestra en la figura 1. Fue inventado en la Universidad de Delft, Holanda [1] a finales de los años ochenta y se ha transformado en pocos años en un material de gran importancia en el mundo aeronáutico. Una configuración típica es GLARE 4A-5/4-4, que significa que el material posee 5 láminas de aluminio y 4 láminas de fibra de vidrio; el 4 que aparece al final significa que el espesor de las láminas de aluminio es de 0,4 mm. El término 4A se refiere a que la fibra de vidrio empleada (pregreg) posee tres capas: 0°, 90° y 0° de la

dirección de laminación del aluminio, que es normalmente 2024 T3 [-4]. Otras configuraciones del prepeg aparecen en la tabla 1 [1].

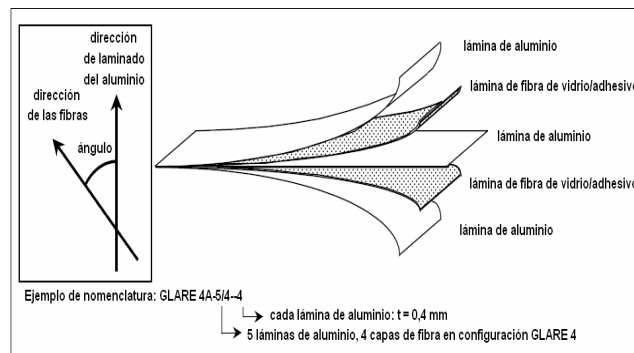


Figura 1. Configuración de un Glare típico [1].

Tabla 1. Tipos de GLARE comercialmente fabricados.

Tipo	Dirección de la fibra	Espesor del prepreg (mm)
GLARE 2A	0°/0°	0.250
GLARE 2B	90°/90°	0.250
GLARE 3	0°/90°	0.250
GLARE 4A	0°/90°/0°	0.375
GLARE 4B	90°/0°/90°	0.375
GLARE 5	0°/90°/90°/0°	0.500
GLARE 6	45°/45°	0.250

Dadas las altas prestaciones mecánicas que presenta el Glare, en el presente trabajo se ha estudiado el empleo de este material como reparación estructural de placas de aluminio 2024 T3 de 2 mm de espesor, las que han sido preagrietadas a fatiga. El objetivo del trabajo ha sido el de estudiar la influencia que ejercen diversas reparaciones hechas con Glare, sobre la resistencia a la fatiga de la aleación de aluminio 2024 T3.

2. PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL

La composición química de la aleación utilizada tanto de sustrato como para fabricar el Glare, es la que se muestra en la Tabla 2. Además para la fabricación de Glare se utilizó fibra de vidrio de alta resistencia, denominada S2 4533 y la resina epóxica MEPOX 324, como adhesivo [5].

Tabla2. Composición química de la aleación de aluminio 2024 T3.

%Si	%Fe	%Cu	%Mn	%Mg	%Zn	%Cr	%Ti
0,061	0,188	4,876	0,586	1,540	0,101	0,0054	0,027

La probeta utilizada y sus dimensiones [6] se muestran en la figura 2.

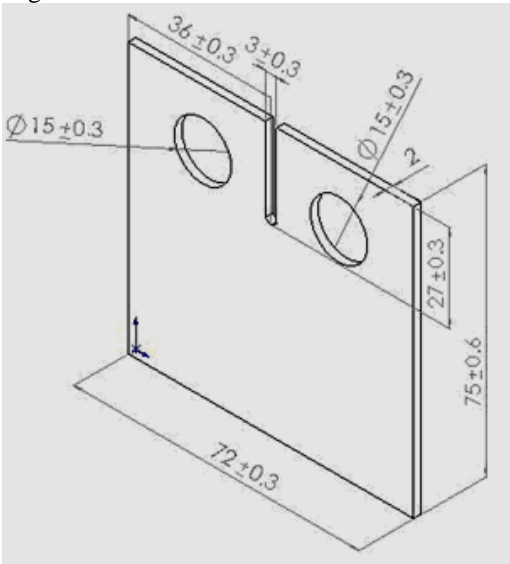


Figura 2. Probeta utilizada y sus dimensiones.

Las probetas fueron cortadas en la dirección T-L, es decir, con la entalla orientada paralela a las marcas de laminación. Las probetas se preagrietaron hasta lograr una grieta de 5 mm de largo, medida desde la base de la

entalla. Enseguida se midieron los ciclos necesarios para extender la grieta en 15 mm, llegando a una longitud de 20 mm. Esta experiencia se realizó para los siguientes casos: probetas sin reparar, probetas reparadas simétricamente (por ambos lados como se muestra en la figura 3), probetas reparadas asimétricamente (un solo lado), probetas reparadas con Stop-Hole (ver figura 4) y probetas reparadas simétricamente con Stop-Hole. La perforación se realizó con una broca de 3,175 mm, haciendo centro una distancia medida desde la punta de la grieta, igual al radio de la broca. Los parches de Glare de 20x40 mm, con la configuración GLARE 3 2/1, fueron aplicados con la ayuda de un adhesivo estructural tal como se muestra en la figura 3, resultando un espesor total del parche de 1,5 mm [7]. El adhesivo empleado fue seleccionado a través de ensayos Lap-Shear [8], en el que se mide la fuerza de ruptura de uniones metal-metal a través de la aplicación de esfuerzos de corte, como se muestra en la figura 5. Se ensayaron tres adhesivos estructurales, eligiéndose el Hysol 9309 de Loctite. La razón de carga empleada fue de 0,7 y las cargas usadas se muestran en la Tabla 3.

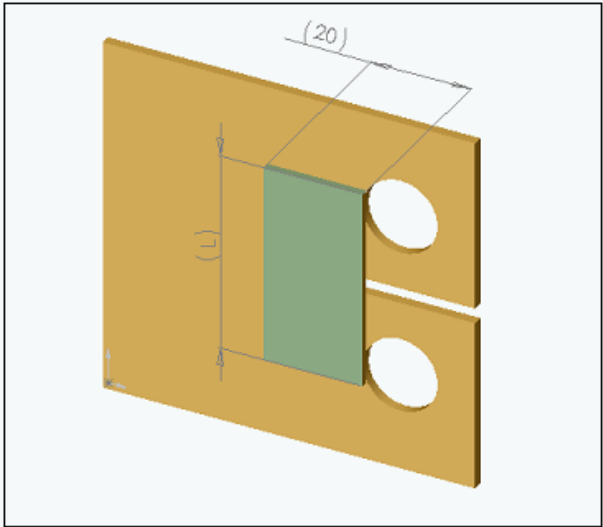


Figura 3. Esquema del parche de Glare sobre probeta de aluminio.

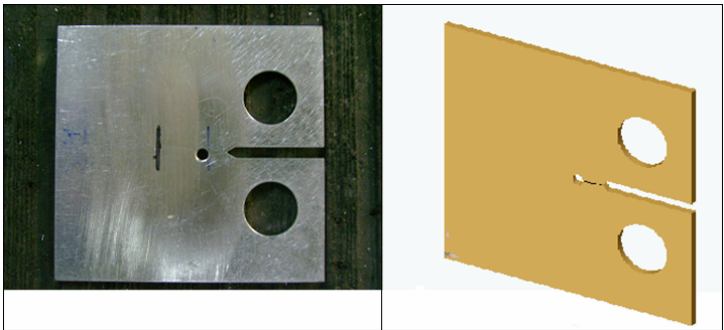
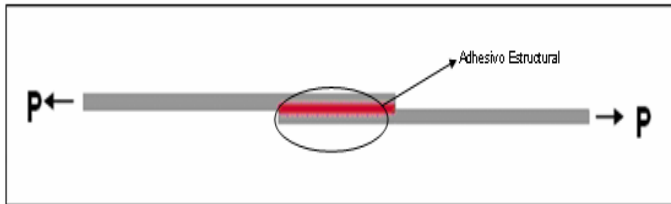


Figura 4. Probeta reparada con stop-hole.

En total se ensayaron 15 probetas de cada configuración en 5 niveles de carga, con tres probetas por nivel. Dado que se estudiaron 5 configuraciones, el número total de probetas fue de 75. Las pruebas de fatiga fueron hechas en una máquina de fatiga resonante a una frecuencia de 100 Hz.

Tabla 3. Cargas empleadas. P_{\min} : Carga mínima; P_{\max} : Carga Máxima

Nivel de Carga	P_{\max} (N)	P_{\min} (N)
1	3500	2500
2	2800	1988
3	2100	1491
4	1400	994
5	700	497



(a)



(b)

Figura 5. (a) Esquema del ensayo Lap-Shear; (b) Vistas del ensayo Lap-Shear para calificar el adhesivo a emplear.

Con el fin de caracterizar las materias primas, se realizaron paralelamente ensayos de tracción sobre probetas de aluminio de acuerdo a la norma ASTM E-8M a una velocidad de 2,5 mm/min (ver Tabla 4).

Tabla 4. Propiedades mecánicas del Al 2024 T3.

Módulo de Young (GPa)	Esfuerzo de Fluencia (MPa)	Resistencia máxima a la tracción (MPa)	Deformación a rotura(%)
70,46*	380,01*	457,07*	18,28*
70,91**	357,95**	449,23**	19,60**

* Eje de tracción paralelo a la dirección de laminación.

** Eje de tracción perpendicular a la dirección de laminación.

Para el ensayo de fibra de vidrio se utilizó la norma EMBRAER EE-03-STD-042 [9], que especifica una velocidad de 2 mm/min y 10 probetas. La matriz epóxica utilizada para la fabricación de las probetas fue la MEPOX 324 con el endurecedor PC definido por el fabricante.

Tabla 5. Propiedades mecánicas medidas en fibra de vidrio S2 4533.

Módulo de Young (GPa)	Esfuerzo de Fluencia (MPa)	Resistencia máxima a la tracción (MPa)	Deformación a rotura(%)
6,63*	30,47*	74,56*	3,23*
11,21**	140,04**	236,90**	2,69**

* configuración 45°/45°; ** configuración 0°/90°.

4.- MODELO EMPLEADO

Se han ajustado las curvas S-N a través de un modelo hiperbólico al que se ha supuesto con una asíntota paralela al eje horizontal que corresponde al límite de fatiga, de la siguiente forma:

$$(S - a)N^m = B \quad (1)$$

en que S es el esfuerzo aplicado N es el número de ciclos para generar un crecimiento de grieta desde 5 hasta 20 mm (15 mm de crecimiento), a es el valor asíntótico hacia el cual tiende el esfuerzo cuando el número de ciclos tiende a infinito, representando de esta manera una especie de límite de fatiga, que en este trabajo se llamará esfuerzo asíntótico.

Se trazó $\log(S - a)$ en función de $\log N$ y dado que el valor de a no se conocía de antemano, se encontró el valor de a que minimizara el coeficiente de correlación entre ambos valores, utilizando la herramienta de optimización “solver” de Excel.

5.- RESULTADOS

Ensayos de fatiga

A través del procedimiento descrito en la sección precedente se ha efectuado el ajuste de los datos experimentales obtenidos, calculándose en cada caso los valores de los esfuerzos asíntóticos (a en la ecuación 1), con el fin de realizar una comparación entre las distintas formas de reparación.

En la figura 6 se muestran los resultados de las curvas S-N (esfuerzo-número de ciclos) para la probeta preagrietada y no reparada. El valor de esfuerzo asíntótico obtenido para este caso es de 8 MPa, encontrándose experimentalmente que a un esfuerzo de 9 MPa, se requiere 1 millón de ciclos para producir un avance de 15 mm en la grieta. A continuación, en las figuras 6 a 10, se muestran los resultados de cada tipo de reparación comparada con el caso de no aplicar reparación.

En la figura 7 se muestran los resultados correspondientes a la reparación con stop-hole obteniéndose para este caso un valor de 8,7 MPa en el esfuerzo asíntótico. Se observa un incremento

importante en la respuesta a fatiga en relación a la probeta sin reparar, especialmente en el rango de bajo número de ciclos. Por ejemplo, a un esfuerzo de 9 MPa, se obtiene una vida a fatiga de 3 millones de ciclos, es decir, hacen falta este número de ciclos para producir un crecimiento de 15 mm en la longitud de la grieta. Esto muestra la conveniencia de una reparación tan simple como lo es la aplicación de stop-holes.

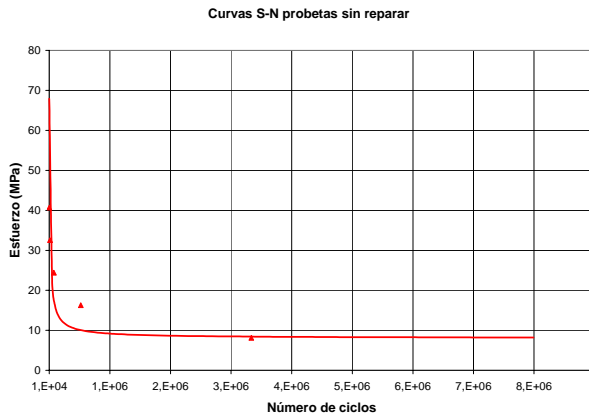


Figura 6. Curva S-N para la probeta sin reparar.

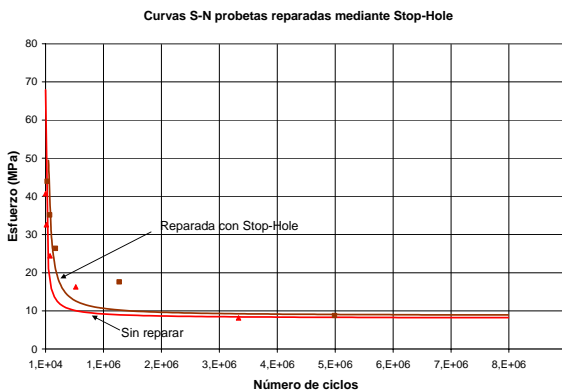


Figura 7. Curva S-N para la probeta reparada con Stop-Hole.

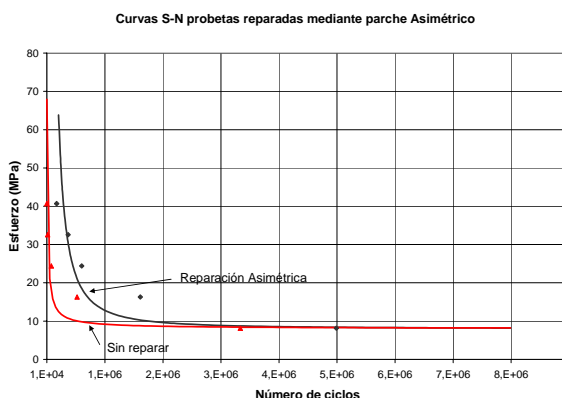


Figura 8. Curva S-N para la probeta reparada asimétricamente.

En la figura 8 se muestran los resultados obtenidos para una reparación hecha asimétricamente, observándose sólo una mejora respecto del caso de probetas sin

reparar. Si bien el valor del esfuerzo asintótico fue similar a los dos casos obtenidos anteriormente, el desempeño de la probeta reparada asimétricamente en el rango de bajo número de ciclos, mejoró incluso respecto de la reparación hecha con stop-holes. Por ejemplo, a un esfuerzo de 20 MPa, se obtiene una vida a fatiga de 560 mil ciclos, en tanto que para el caso del empleo de stop-hole, el número de ciclos a 20 MPa es de sólo 210 mil ciclos.

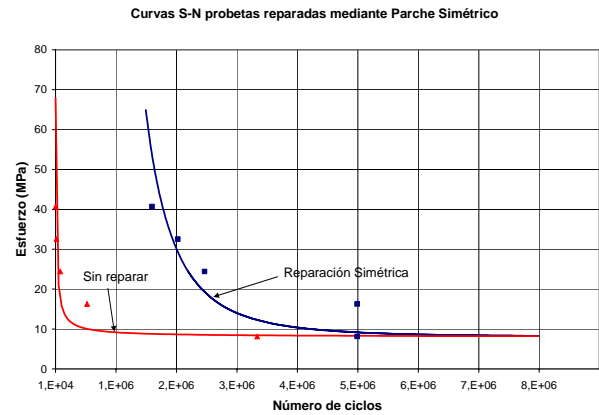


Figura 9. Curva S-N para la probeta reparada simétricamente.

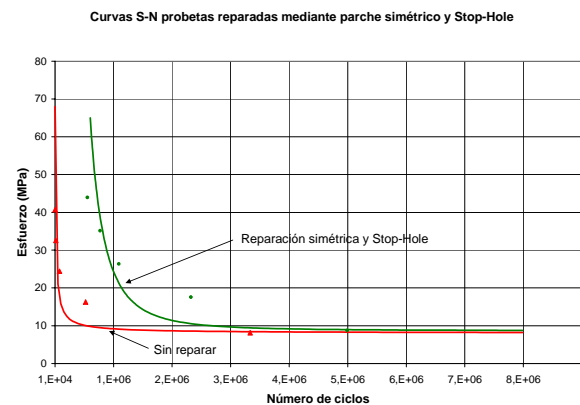


Figura 10. Curva S-N para la probeta reparada simétricamente y con Stop-Hole

En la figura 9 se muestran los resultados obtenidos para una reparación hecha simétricamente, observándose una importante mejora respecto del caso de stop-holes y de la reparación asimétrica. Si bien el valor del esfuerzo asintótico fue de 8 MPa, cercano a los dos casos obtenidos anteriormente, el desempeño de la probeta reparada simétricamente en el rango de bajo número de ciclos, mejoró respecto de la reparación hecha con stop-holes. Por ejemplo, a un esfuerzo de 25 MPa, se obtiene una vida a fatiga de 2,5 millones de ciclos, en cambio en los casos de reparación asimétrica y con stop-holes, el número de ciclos medidos fue de sólo 600 mil y 170 mil ciclos respectivamente.

En la figura 10 se muestran los resultados obtenidos para una reparación hecha simétricamente y con stop-holes, observándose que este tipo de reparación mejora

el desempeño a fatiga en comparación con la probeta sin reparar.

Finalmente, en la figura 11 se muestran todos los resultados obtenidos pudiendo observarse que el mejor desempeño de las probetas corresponde a la utilización de parches simétricos. La utilización de parches simétricos y stop-holes no entrega tan buenos resultados como la utilización sólo de parches simétricos. Posiblemente esto se deba a la remoción de material que tiene lugar durante la aplicación de los stop-holes. A su vez, el empleo de una reparación asimétrica se revela como mejor desde el punto de vista de resistencia a la fatiga que la utilización de stop-holes. Nuevamente, la explicación puede relacionarse con la remoción de material asociada a la fabricación del stop-hole, aparte de las buenas propiedades de la reparación basada en Glare.

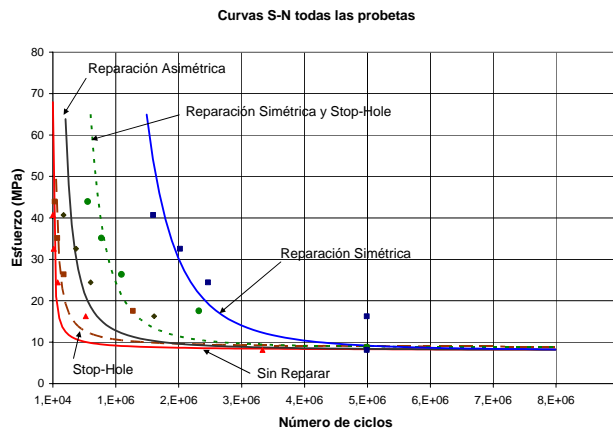


Figura 11. Curva S-N para los cuatro casos estudiados.

Microscopía electrónica de barrido

Se realizó un estudio de las superficies de fractura de una probeta reparada con stop-hole, tal como se muestra en la figura 12. Se estudiaron dos zonas: la zona de preagrietamiento (zona A) y la de crecimiento de la grieta por fatiga después de ser reparada (zona B).

La figura 13 representa una micrografía realizada a la zona A (pre-agrietamiento) de la superficie de fractura de una probeta reparada mediante Stop-Hole.

Durante el pre-agrietamiento y crecimiento estable de la grieta se aprecian claramente micromecanismos de carácter frágil. Sin embargo se puede apreciar microductilidad representado en gran cantidad de microcavidades (voids), originadas a raíz de procesos de nucleación, crecimiento y coalescencia de microcavidades que se pueden apreciar en las figuras 13 y 14. Por otro lado se aprecian partículas de CuMgAl_2 y presencia de "clivaje", lo que implica que existen micromecanismos de carácter frágil y que la energía absorbida por el material durante la fractura en esas zonas, es pequeña. Finalmente se aprecian grietas de carácter secundario y estriaciones por fatiga (A).

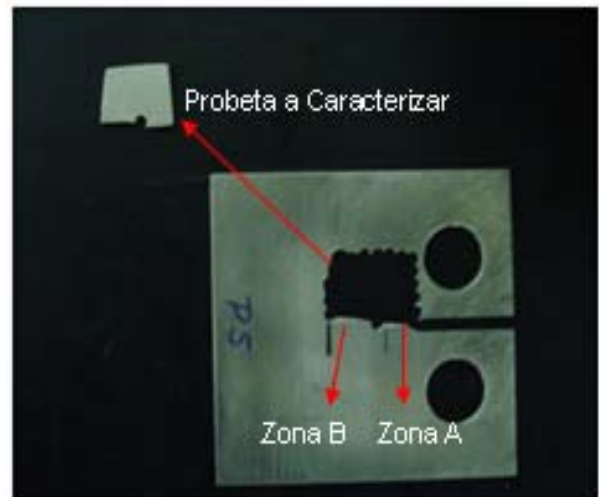


Figura 12. Zonas A (preagrietamiento) y B (crecimiento de la grieta durante el ensayo de propagación de grieta), para una probeta reparada con stop-hole.

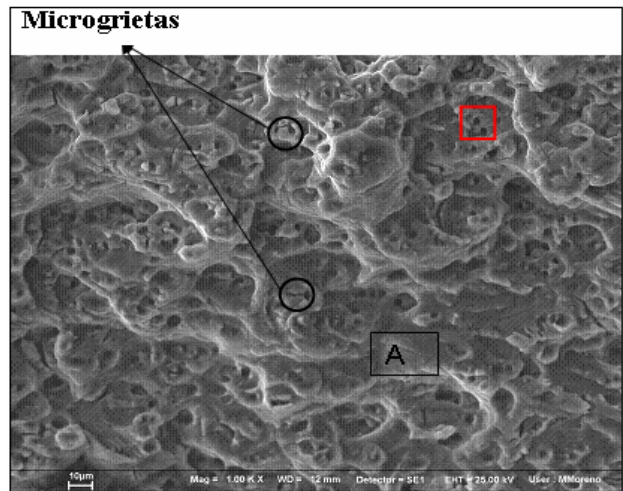


Figura 13. Imagen a 1000 aumentos Zona A (Pre-agrietamiento) probeta reparada mediante Stop-Hole.

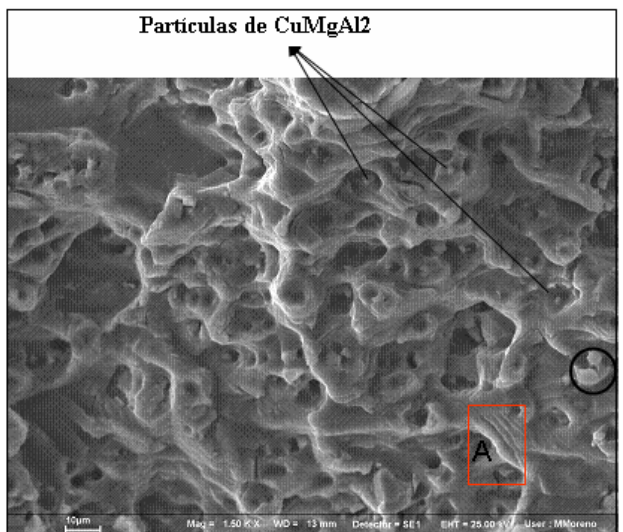


Figura 14. Imagen a 1000 aumentos Zona A (Pre-agrietamiento) probeta reparada mediante Stop-Hole.

En la figura 15, se muestra la superficie de fractura de la probeta reparada con Stop-Hole, correspondiente a la zona B, apreciándose una combinación de micromecanismos de carácter dúctil y frágil. Se puede observar con más detalle la presencia de microcavidades (óvalo rojo). Se reconocen además zonas lisas o planas que pueden ser asociadas a fractura por clivaje (A). Finalmente se aprecian estriaciones por fatiga (círculo calipso).

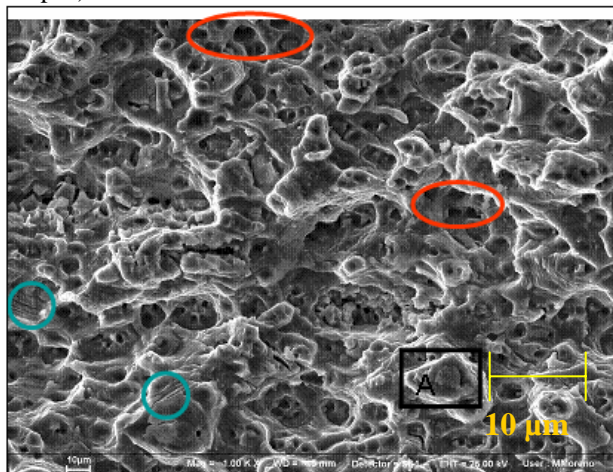


Figura 15. Imagen a 1000 aumentos (Zona B) probeta reparada mediante Stop-Hole.

6. CONCLUSIONES

Se ha realizado un estudio de la resistencia a la fatiga de la aleación de aluminio 2024 T3, analizándose el efecto de reparaciones hechas a través del empleo de parches de Glare.

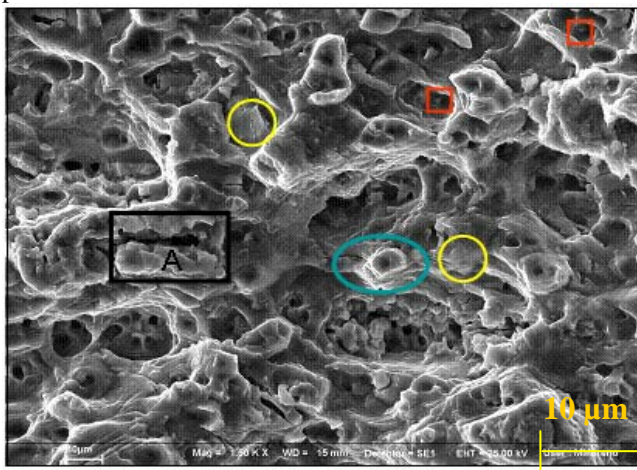


Figura 16. Imagen a 1500 aumentos (Zona B) probeta reparada mediante Stop-Hole.

Se encuentra que la respuesta a fatiga presenta una mejora en todos los casos estudiados, aunque el empleo de una reparación simétrica es la que mejor resultado presenta.

El empleo de reparaciones basadas en parches de Glare se revela como una alternativa útil de reparación, debido

a su sencillez de aplicación y a sus resultados positivos en términos de mejorar la respuesta a fatiga de la estructura.

El análisis por microscopía electrónica de barrido, revela la presencia de un micromecanismo esencialmente dúctil-frágil durante las etapas de pre agrietamiento por fatiga y durante el crecimiento de grieta una vez reparada la probeta.

7. AGRADECIMIENTOS

Los autores desean agradecer a la Academia Politécnica Aeronáutica, a la Empresa Nacional de Aeronáutica ENAER y a la Universidad de Santiago de Chile por el interés y permanente compromiso mostrado por la línea de investigación.

8. REFERENCIAS

- [1] Sáez R., Pérez M., Peña D., Pulgar G. y Monsalve A., GLARE, una aproximación a su concepción y aplicaciones. Revista Remetallica. Dpto. Ing. Metalúrgica, USACH, Chile. Año 25, N°12, Sept 2005.
- [2] Beumler T., "A contribution to aircraft certification issues on strength properties in non-damaged and fatigue damaged Glare structures", Faculty of Aerospace Engineering, Delft University of Technology, The Netherlands; 2004.
- [3] De Vries T. J., "Blunt and sharp notch behaviour of Glare laminates", Faculty of Aerospace Engineering, Delft University of Technology, The Netherlands; 2001.
- [4] Vermereen C.; "An historic overview of the development of fibre metal laminates", Applied Composites Materials 10 (2003) 189-205.
- [5] Peña D., Reparación estructural de la aleación de aluminio 2024-T3 mediante parches de Glare, Tesis Ing. Aeronáutica, APA; Chile, 2007.
- [6] Norma ASTM E-647 "Standard test method for measurement of fatigue crack growth rates"
- [7] Norma EUROENAER "Proceso de fabricación para probetas tipo Glare" MMM-A-132.
- [8] Norma EUROENAER "Método para ensayos de tracción tipo Glare" MMM-A-132.
- [9] Norma EMBRAER; "Tensile testing of glass and carbon", E-03-STD-042.

TRATAMIENTOS CRIOGÉNICOS SOBRE EL ACERO F1560 CEMENTADO PARA LA MEJORA DE PROPIEDADES A FATIGA

M. Preciado¹, M. Solaguren-Beascoa², P. M. Bravo², J. M. Alegre²

¹ Departamento de Ingeniería Civil
Av. Cantabria s/n
09006 Burgos. España
E-mail: mpreciado@ubu.es

² Departamento de Ingeniería Civil
EPS Campus de San Amaro, C/Villadiego S/N
09001 BURGOS
E-mail: msolaguren@ubu.es
E-mail: pmbраво@ubu.es
E-mail: jalegre@ubu.es

RESUMEN

El acero F1560 cementado se utiliza en la fabricación de engranajes y requiere valores elevados de dureza para soportar el desgaste y a la vez una buena tenacidad para evitar problemas de fatiga. Los tratamientos criogénicos se vienen utilizando desde hace tiempo para mejorar las propiedades de diversos componentes en automoción y podría ser una manera de aumentar la vida de los engranajes, aunque uno de los inconvenientes de estos tratamientos es la duración de los mismos. En este trabajo, se ha estudiado la influencia de los tratamientos criogénicos sobre propiedades como fatiga, resiliencia y desgaste de un acero F1560 cementado. También se ha visto la diferencia entre tratamientos criogénicos convencionales y tratamientos criogénicos multietapa, cuya principal ventaja es que son más cortos. Por último, se ha intentado estabilizar la austenita retenida, ya que no está claro si la presencia de la misma resulta beneficiosa.

ABSTRACT

The F1560 carburized steel is used in the gears manufacturing industry and high hardness values combined with good toughness are required in order to withstand wear and fatigue problems. Cryogenic treatments have been used for some time to improve the properties of different automotive devices and it could be a way to increase the gear life. However one inconvenience is that they are long-term treatments. In this work, the influence of the cryogenic treatments on fatigue, resilience and wear of the carburized F1560 steel has been studied and also the difference between a multistage cryogenic treatment (shorter) and a conventional one. Finally, it has been tried to stabilize the retained austenite because it is not clear the benefits of its presence.

PALABRAS CLAVE: F1560 cementado, Tratamiento criogénico, Desgaste.

1. INTRODUCCIÓN

Los aceros F1560 son aceros con porcentajes de Cr, Ni y Mo que se utilizan, cementados, en aplicaciones tales como engranajes y piñones donde se requiere una superficie de gran dureza que soporte bien el desgaste unida a un núcleo tenaz. De hecho, estos componentes sufren fallos frecuentes debido a fatiga provocadas por sobrecargas, tratamientos térmicos inadecuados, características del material deficientes, etc. [1]. La segunda causa de ruptura sería el impacto seguido por fallos a desgaste.

Dentro de la fatiga de los engranajes, el modo de fallo más común es la fatiga por flexión del diente que se

origina en el área que recibe la mayor flexión, cuyo origen está en la superficie.

Cualquier tratamiento que ayude a mejorar las propiedades mecánicas tanto de la capa cementada como del núcleo de estos aceros estaría contribuyendo a un alargamiento de la vida de estas piezas.

Los tratamientos criogénicos a bajas temperaturas (-125 – -196°C) han sido utilizados durante bastante tiempo para mejorar la durabilidad de los componentes. Además se trata de un tratamiento que afecta a toda la pieza tanto en el exterior como interiormente, lo cual es una importante ventaja, aunque también tiene inconvenientes ya que incrementa el coste de

producción y además es un tratamiento de larga duración.

Hay varias teorías que tratan de explicar los efectos producidos por estos tratamientos. Una de ellas los relaciona con la transformación de la austenita retenida en martensita. Esta teoría ha sido verificada por difracción de rayos X. Otra teoría está basada en el endurecimiento del material debido a la precipitación de carburos submicroscópicos. Además también se produciría una relajación de las tensiones internas de la martensita gracias a la precipitación de estos carburos [2].

Una opción al tratamiento criogénico convencional, que duraría unas 36 horas (2 horas de enfriamiento, mantenimiento a -190°C de 32 horas y calentamiento durante 2 horas), sería el tratamiento multietapa que duraría 24 horas en total y consiste en una serie de ciclos alternos de enfriamiento y calentamiento.

Debido a que uno de los efectos inmediatos de un tratamiento criogénico es el de transformar la austenita retenida en martensita y ésta representa una variable importante en cualquier interpretación de resultados, ya que cualquier variación de los mismos podría ser causada por el aumento de martensita [3, 4], en el presente estudio se ha visto la influencia de la estabilización de la austenita retenida para evitar dicha transformación.

2. PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL

Se ha trabajado con un acero F1560 (tabla 1) que es un acero común en la fabricación de engranajes previa cementación. Se mecanizaron probetas de fatiga reliliencia y desgaste que posteriormente se cementaron.

Tabla 1. Composición química de un acero F1560.

%C	%S	%Si	%Ni
0.11-0.17	0.035	0.15-0.40	3.00-3.50
%P	%Mn	%Cr	%Mo
0.035	0.30-0.60	0.80-1.10	0.20-0.30

Se hicieron grupos para dar diferentes secuencias de tratamientos térmicos. En la tabla 2 se resumen dichos tratamientos.

Tabla 2. Secuencia de tratamientos dados a las diversas muestras

	Cementación	Revenido	T. Criog	Revenid o
C	si	200°C	C	200°C
CB	si	200°C	CB	200°C
S	si		CB	200°C
2	si	200°C	CB	200°C
N	si	200°C		200°C

C: Trat. Criogénico convencional

CB: Trat. Criogénico multietapa

Las muestras C y CB fueron sometidas a tratamiento criogénico justo después de la cementación, pero el resto de las muestras “durmieron” durante 120 días antes de ser tratadas criogénicamente. Este tiempo se estimó necesario para la estabilización de la austenita retenida [4].

Tampoco está claro cómo afecta un revenido antes y después del tratamiento criogénico o si por el contrario dicho revenido debe de realizarse después del tratamiento a bajas temperaturas. Por ese motivo se establecieron las secuencias 2 y S.

2.1. Ensayos de dureza

En la figura 1 se muestran los resultados de dureza. En principio, los tratamientos criogénicos no debieran modificar la dureza, si bien la transformación de austenita retenida en martensita podría aumentar algo la misma. Sin embargo, en las muestras 2 y S donde la austenita retenida ha sido estabilizada y por tanto no ha habido ningún cambio en la cantidad de martensita presenta los valores más altos mientras que la muestra N que no ha sido tratada criogénicamente tiene el valor más bajo. No se observa diferencia en los valores de dureza entre los tratamientos criogénicos convencional y multietapa.

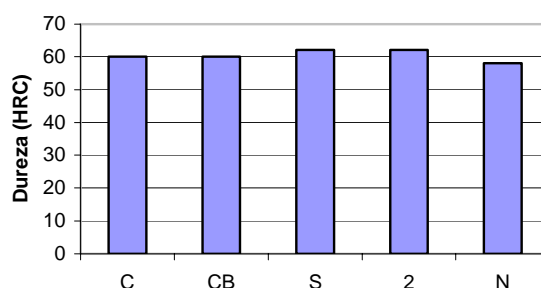


Figura 1. Durezas de las muestras.

2.2. Ensayo de microdureza

Para medir las microdurezas las muestras fueron sometidas a un montaje en frío para evitar que las temperaturas alcanzadas en los procesos de curado de los montajes en caliente pudieran modificar ningún valor.

En la figura 2 se muestran los distintos resultados de microdureza.

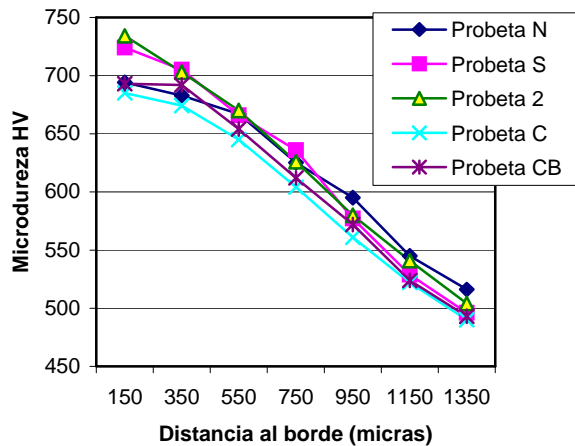


Figura 2. Microdureza de las muestras.

La probeta C presenta, en general valores inferiores y la probeta 2 presenta valores superiores. La probeta N (no tratada criogénicamente) se acerca a los valores más pequeños cerca de la superficie y sin embargo según se penetra hacia el núcleo presenta los valores más elevados. La probeta S presenta un comportamiento muy similar a la 2. De nuevo no se observa diferencia entre tratamiento criogénico convencional y multietapa.

2.3. Ensayo de resiliencia

En la figura 3 se muestran los resultados de resiliencia que no aportan ninguna información relevante salvo que en ningún caso hay un empeoramiento de la resiliencia que hiriera desestimar alguno de los tratamientos.

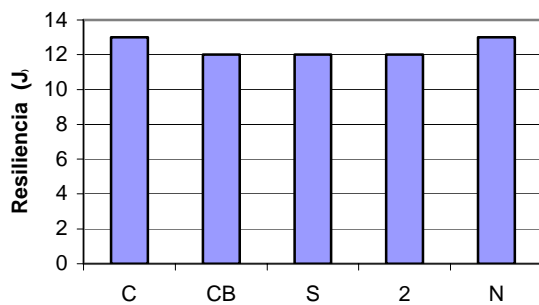


Figura 3. Resiliencia de las muestras.

2.4. Ensayos de desgaste

Los ensayos de desgaste se llevaron a cabo en una máquina pin-on-disk y fueron de 10000 ciclos utilizando una bola de alúmina como material de contacto, ya que la dureza de los aceros era muy grande y un cerámico sería el único material que dejara una huella medible. Posteriormente se midió el volumen desgastado mediante un rugosímetro. La superficie de

todas las muestras era idéntica para poder efectuar una comparación de los resultados.

En la figura 4 se muestran los resultados de los ensayos de desgaste, en términos de volumen desgastado. El mejor comportamiento lo presenta la muestra S sin revenido previo al tratamiento criogénico. Tampoco se observa un aumento en el volumen desgastado de la muestra N frente a las demás.

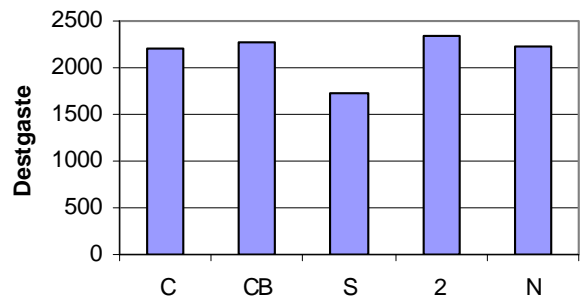


Figura 4. Desgaste de las muestras.

2.5. Ensayos de fatiga

Se establecieron tres niveles de carga y se hicieron ensayos de fatiga con probetas normalizadas según la norma ASM. Sin embargo, la falta de un número mayor de probetas por ensayo, ha provocado que los ensayos no sean lo suficientemente coherentes como para sacar conclusiones.

Solamente, se apunta el hecho de que con los ensayos hechos y con los resultados obtenidos, no parece que se obtenga mejor comportamiento a fatiga con ninguna de las secuencias. Tampoco parece que los tratamientos criogénicos mejoren esta propiedad, ya que las probetas N se encuentran en la media de los ciclos de las demás.

3. ANÁLISIS DE LOS RESULTADOS

En este estudio se juega con dos efectos que los tratamientos criogénicos tienen sobre el acero: la austenita retenida se transforma en martensita (sólo en las muestras C y CB) y el segundo sería que se produce mayor porcentaje de precipitados y esa precipitación es más homogénea [6].

En los ensayos de dureza se observa que la dureza no muestra cambio en las probetas, a excepción de la N que no ha sido tratada criogénicamente y que tiene el menor valor, siendo este punto muy significativo ya que esto sugiere que el ligero aumento de dureza que se produce no es debido a la transformación de la austenita retenida sino al cambio en el espectro de la precipitación. También en los ensayos de microdureza se observa el aumento de la microdureza cerca de la superficie y se cómo esa diferencia desaparece a medida

que se penetra en el núcleo, donde ya no hay tantos carburos.

Por lo tanto, la estabilización de la austenita retenida mejora los valores de microdureza cerca de la superficie. Además tanto en microdureza como en dureza se observa cierto paralelismo entre las muestras C y CB (el tratamiento multietapa no afecta a los valores) y entre las muestras 2 y S (tampoco parece que un simple revenido o dos revenidos modifiquen los valores).

En los ensayos de desgaste, el comportamiento de la probeta S destaca frente a las otras. El tratamiento térmico dado a esta probeta suprimía el revenido anterior al tratamiento criogénico, dejando que fuera este último el que estableciera los núcleos de precipitación que posteriormente crecerían durante el revenido [6]. A priori un revenido a baja temperatura que relajara tensiones antes de un tratamiento tan severo como el criogénico, a tan baja temperatura, no parecía una mala opción. No obstante, deberán hacerse más ensayos al respecto variando temperaturas y secuencias, así como desgaste a distintas velocidades y cargas para poder establecer con precisión el mejor tratamiento.

Parece que el desgaste, a falta de estudios de fatiga más rigurosos, establecería la diferencia de comportamiento de las secuencias estudiadas, siendo el tratamiento de austenita estabilizada, criogénico y revenido, el que obtendría los mejores resultados.

4. CONCLUSIONES

- Después de un tratamiento criogénico, la dureza no se ve alterada por la transformación de austenita retenida en martensita.
- Los tratamientos criogénicos no parecen modificar las durezas del núcleo.
- Propiedades como la resiliencia o la vida a fatiga no se ven afectadas por los tratamientos criogénicos.
- El desgaste es la propiedad que se mejora con el tratamiento criogénico, resultando un tratamiento sin revenido anterior al tratamiento criogénico y un revenido posterior al mismo.
- Finalmente, no parece que haya diferencia entre dar un tratamiento criogénico convencional o multietapa, desde el punto de vista de propiedades, resultando este último más ventajoso desde el punto de vista industrial, por ser más corto.

AGRADECIMIENTOS

Los autores desean agradecer a D. Felix Estirado y a su empresa Cryobest por la realización de los tratamientos criogénicos y a D. Luis García Cambroner y a la Escuela Técnica Superior de Minas de Madrid por las facilidades dadas para realizar los ensayos de desgaste.

REFERENCIAS

- [1] ASM. Mechanical testing and evaluation. ASM handbook, vol. 8, pp. 861-872, 2000.
- [2] Metal Handbook, vol. 4, third ed., ASM, 1991.
- [3] S. Zhirafar, A. Rezaeian, M. Pugh, *Effect of cryogenic treatment on the mechanical properties of 4340 steel*. J. of Mat. Proc. Tech. 186, pp. 298-303, 2007.
- [4] A. Molinari, M. Pellizzari, S. Gialanella, *Effect of deep cryogenic treatment on the mechanical properties of tool steels*, J. of Mat. Proc. Tech, 118, pp. 350-355, 2001.
- [5] F. B. Abudaia, J. T. Evans, B. A. Shaw, *Characterization of Retained Austenite in Case Carburized Gears and its Influence on Fatigue Performance*, Gear Technology, May/June 2003.
- [6] J. Y. Huang, Y. T. Zhu, X. Z. Liao, *Microstructure of cryogenic treated M2 tool steel*, Mat Science & Engineering, A339, pp. 241-244, 2003.

EDITORIAL	◆
CONFERENCIAS INVITADAS	◆
FRACTURA DE MATERIALES BIOLÓGICOS Y BIOMATERIALES	◆
FRACTURA DE MATERIALES CERÁMICOS Y PÉTREOS	◆
FRACTURA DE MATERIALES METÁLICOS	◆
FRACTURA DE MATERIALES POLÍMEROS	◆
FATIGA E INTERACCIÓN CON EL MEDIO AMBIENTE	◆
MÉTODOS ANALÍTICOS Y NUMÉRICOS	◆
SEGURIDAD Y DURABILIDAD DE ESTRUCTURAS	◆
TÉCNICAS EXPERIMENTALES	◆
APLICACIONES Y CASOS PRÁCTICOS EN INGENIERÍA	◆
ÍNDICE TEMÁTICO	◆
ÍNDICE DE AUTORES	◆

SIMULACIÓN NUMÉRICA DE LA RESISTENCIA A COMPRESIÓN DESPUÉS DE IMPACTO EN PANELES

I. Armendáriz Benítez¹, J. López Díez², M. Chimeno Manguán²

¹ Departamento de Materiales, Instituto Nacional de Técnicas Aeroespaciales - INTA,
Carretera de Ajalvir km 4,
28850 Torrejón de Ardoz (Madrid), España.
email: armendarizbi@inta.es

² Departamento de Vehículos Aeroespaciales, E.T.S. de Ingenieros Aeronáuticos,
Universidad Politécnica de Madrid,
Plaza del Cardenal Cisneros 3,
28040 Madrid, España.
E-mail: jesus.lopez.diez@upm.es, marcos.chimeno@upm.es

RESUMEN

Se presenta un modelo numérico semi-empírico para predecir la resistencia de paneles sándwich (pieles de material compuesto y núcleo panel de abeja) tras haber sufrido el impacto de un objeto que deteriora su comportamiento a resistencia.

La estructura de panel de abeja del núcleo se representa mediante elementos 3D y las propiedades del material tienen en cuenta el cambio de comportamiento en la zona dañada debido al impacto. La piel se simula mediante elementos placa y se combinan con elementos sólidos para el núcleo. Para predecir la resistencia después de impacto se comparan varias leyes de esfuerzo-deformación tanto para el núcleo dañado como para las pieles tras el impacto.

La simulación del ensayo se lleva a cabo con diferentes densidades de malla, y modelos de transición entre regiones, y se obtiene un valor de resistencia de todo el panel sometido a compresión después de impacto (CAI).

Finalmente, para completar el ensayo CAI se simulan las condiciones de contorno, y se establecen las condiciones iniciales del daño por impacto mediante una serie de parámetros geométricos (hendidura residual en la piel, área aplastada del núcleo, etc.) obtenidos de inspecciones con técnicas no destructivas (NDI).

Los resultados de la simulación se comparan con datos de ensayos experimentales. Las predicciones numéricas de la resistencia a compresión después de impacto en un panel se aproximan bien a datos experimentales publicados en la literatura. Éstos demuestran que la simulación teniendo en cuenta comportamientos no lineales concuerda adecuadamente con los resultados experimentales, lo que permite desarrollar una metodología para reducir el número de ensayos requeridos durante el desarrollo y certificación de los elementos estructurales.

ABSTRACT

This paper presents a semi-empirical numerical model to predict the residual strength of impacted sandwich panels (composite face-sheets and honeycomb core). The honeycomb core is represented as 3D elements and its material properties take into consideration the change of behaviour of the damaged area due to the impact. This is achieved with different non-linear stress-strain laws for the undamaged and the damaged core.

The paper also analyses the properties degradation of the composite face sheets. Plane elements simulate the skin behaviour, and are combined with 3D core elements.

Test simulation is performed by implementing region with different mesh densities, and the influence on the strength to compression after impact (CAI) of the whole panel is established.

Finally, to complete the standard CAI tests, boundary condition are simulated and the initial damage conditions are established by a few geometric parameters (residual face sheet indentation, core crush dimensions, etc.) obtained from a non destructive inspection (NDI).

Finally, comparisons with available CAI test results are provided at the end of the paper. By a non linear analysis, the FEM results have come out as a correct approximation of the experimental test. Furthermore, numerical predictions of residual strength of the panel subjected to compression-after-impact loading have been presented and good agreement with the experiment data from the literature has been found.

PALABRAS CLAVE: Compresión después de impacto, CAI, Material sándwich, Resistencia Residual, Simulación Numérica.

1. INTRODUCCIÓN

Las construcciones sándwich típicas son estructuras con laminados finos en los extremos (0,5 mm – 1,1 mm) cocurados con un núcleo central que puede ser panel de abeja o espuma. Debido a la naturaleza de estas estructuras, la tolerancia al daño es más compleja que en las estructuras convencionales de material compuesto. Además de los fallos típicos de los materiales compuestos como puedan ser las delaminaciones, aparecen nuevos modos de fallo como el aplastamiento del núcleo o el despegue de la piel. Este estudio continúa con la línea de investigación abierta por las referencias [1, 2, 3 y 4]. Los modelos desarrollados pretenden predecir la degradación de la resistencia residual de materiales sándwich con varios niveles de impacto. Otro de los principales objetivos es establecer modelos que consideren la morfología del daño y pudieran así elegir el modo de fallo real entre los posibles modos de fallo para cargas en compresión (CAI). La investigación se centró en paneles planos simétricos de material sándwich. Las pieles eran laminados de tejido de carbono preimpregnados en resina epoxy y núcleo central de panel de abeja Nomex.

2. CARACTERIZACIÓN DEL DAÑO

La tolerancia al daño de las estructuras sándwich impactadas durante estas investigaciones fue evaluada mediante ensayos en compresión (CAI). Durante el estudio se vio que la resistencia residual y los modos de fallo de los paneles sándwich sometidos a carga en compresión en el plano eran gobernados por el estado dañado de la piel y el núcleo.

2.1. Ensayos

En las referencias [1, 3 y 4] presentan numerosos ensayos. Este trabajo se centra en una estructura de material sándwich cuyos materiales son:

- Piel: Laminado de material compuesto $[(90/45)_2/CORE]_s$ de fibras de carbono preimpregnadas en una matriz de resina epoxy (NEWPORT NB 321/3K70P).
- Núcleo: Estructura de panel de abeja (Plascore Nomex honeycomb PN2-3/16-3.0).

2.1.1. Técnicas de ensayos no destructivos para la evaluación del daño

El panel fue sometido a técnicas de ensayos no destructivos (NDI) para evaluar el daño producido por el impacto. El ensayo evidenciaba ciertos daños en la estructura:

- Daño en la piel: produce delaminaciones entre las capas próximas a la interfaz piel-núcleo. Había grietas en la piel orientadas a $\pm 45^\circ$ del eje x así como grietas en la matriz y rotura de fibras en la zona de la hendidura. Los escáneres mostraban un área dañada mayor que las delaminaciones debido a que la rotura de la piel ya se había iniciado.

- Daño en el núcleo: El daño predominante en el núcleo era el pandeo de las paredes de las celdas (zona roja de la figura 1). Como el daño en el núcleo aumenta la impedancia de los paneles de éste se detectó mediante ultrasonidos. Se midieron la profundidad de la zona dañada y su diámetro.

- Huella del impacto: el impacto produce una imperfección en la superficie del impacto. La imperfección geométrica se puede ver como la huella resultante del impacto (ver figura 1). Ésta se caracterizó mediante la profundidad de la imperfección geométrica en la zona central del panel. Durante la fase de proceso de carga en el impacto la reacción del núcleo es la de oponerse al aplastamiento; después, la piel trata de recuperar su forma inicial, pero el núcleo queda dañado permanentemente.

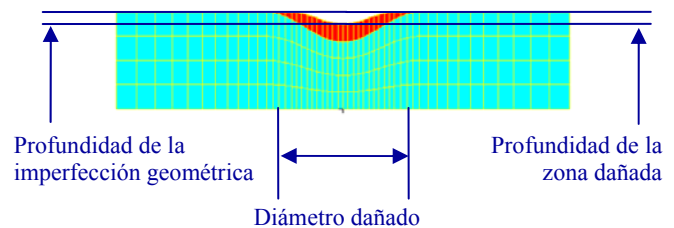


Figura 1. Parámetros medidos

2.2. Ensayo CAI

Las dimensiones del panel son 203.2 x 203.2 mm. Las condiciones de contorno eran las siguientes:

- El panel se empotra en dos lados opuestos.
- El panel se apoya en los dos lados restantes.

La carga de compresión se fue aplicando a lo largo de los dos lados empotrados.

El panel fue ensayado con una serie de extensímetros a lo largo y ancho de su superficie tanto la superficie del impacto como en la opuesta (figura 8). El panel fue ensayado estáticamente mediante compresión en el plano hasta el fallo. Se tomaron medidas de los desplazamientos fuera del plano en el centro del panel del lado impactado. Se observó una primera zona lineal hasta que cambiaba la pendiente debido a la rigidización en la estructura. Esta primera zona lineal se debe a la flexión de la piel sobre el área dañada del núcleo. La piel se dobla hasta que el núcleo se consolida y es capaz de transmitir carga. Luego el panel se va cargando de energía de deformación hasta que llega a ser capaz de seguir aplastando el núcleo según la dirección del espesor aumentando el daño.; y produce pérdida de rigidez. El daño crece según el espesor y según el eje x. Finalmente la energía de deformación es tan grande que el daño crece inestablemente a lo ancho del panel (eje x) hasta el fallo.

Para finalizar cabe destacar que en los ensayos se observó que la resistencia residual de los paneles a cargas de compresión era mayor que el pandeo de la estructura.

3. ANÁLISIS

Los impactos de baja energía en estructuras sándwich suelen producir pequeñas deformaciones permanentes en la piel con aplastamiento local del núcleo. Según los ensayos de las referencias [1, 3 y 4] se han realizado un modelo para predecir el crecimiento del daño y el fallo del panel sándwich en condiciones CAI se emplea MSC Marc© para el análisis.

3.1. Modelo de Elementos Finitos

El modelo tiene elementos 2D (pieles) y 3D (núcleo) (ver figura 2) con materiales y geometrías no lineales. Se emplea análisis no lineales para evaluar los efectos de un daño en un panel en condiciones CAI y predecir así las características de tolerancia al daño. El modelo de elementos finitos tiene en cuenta las no linealidades del material asociadas al aplastamiento del núcleo así como las grandes deformaciones de la piel; por último, el modelo considera las propiedades de la zona dañada.

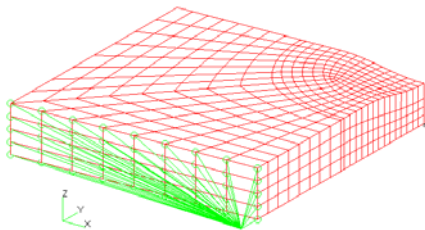


Figura 2. Modelo FEM

Se considera sólo una cuarta parte del modelo, aplicando condiciones de simetría (figura 3). Se han considerado varias regiones circulares alrededor del daño con diferentes comportamientos. El radio R_I define el tamaño de la huella dejada por el impacto. El radio R_f define la región en donde las propiedades de la piel son degradadas debidas al impacto ya que en esta zona existen fibras rotas, grietas en la matriz, etc. El radio R_c define la región de núcleo que queda aplastado debido al impacto, donde se degradan propiedades en ciertas condiciones. Se cumple que $R_I \leq R_f \leq R_c$, (R_f se toma como la semisuma de R_I y R_c [1, 2 y 3]).

La figura 4 representa un corte de la sección según el plano x-z, indicando las distintas regiones y sus comportamientos. Se han incluido los parámetros importantes del modelo; δ_I es la profundidad de la huella debida al impacto, δ_c , la profundidad de paredes pandeadas de panel de abeja del núcleo; t_c , el espesor del núcleo, y, t_f es el espesor de la piel (tabla 1).

Tabla 1. Parámetros de la piel y núcleo utilizados (mm)

PIEL	Ancho	Largo	t_f	R_I	R_f	δ_I
	203.2	203.2	0.8	34.4	41.3	4.2
NÚCLEO	Ancho	Largo	t_c	R_I	δ_c	
	203.2	203.2	19.1	48.7	6.6	

Los valores de R_c y δ_c se obtienen experimentales y suelen estar relacionados. Lo mismo ocurre para R_I y δ_I .

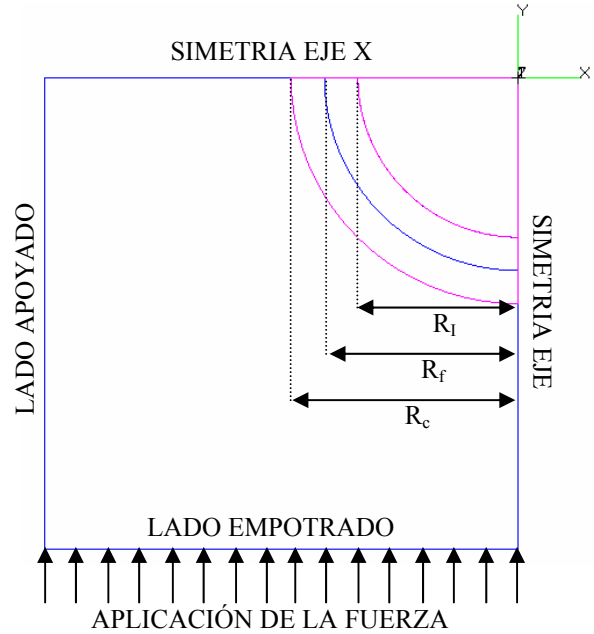


Figura 3. Plano esquemático del panel

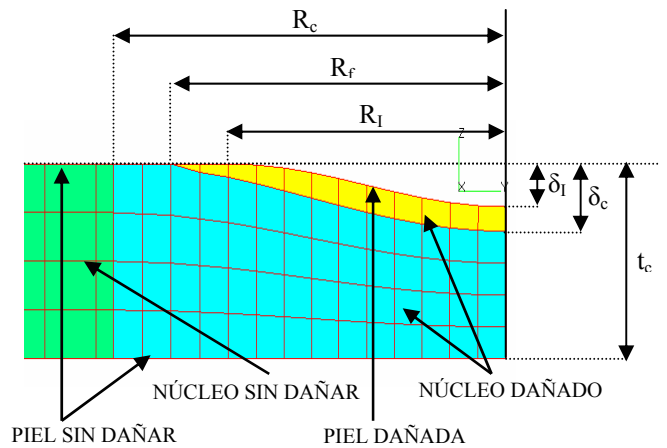


Figura 4. Modelización de la zona del impacto

3.2. Materiales

La tabla 2 resume las propiedades lineales de una lámina de la piel y del núcleo, dañado y sin dañar.

Tabla 2. Propiedades de la piel y del núcleo

	PIEL Dañado	NÚCLEO Sin dañar	NÚCLEO Dañado
E_{11} (MPa)	69400	24.1	24.1
E_{22} (MPa)	69400	24.1	24.1
E_{33} (MPa)		137.9	58.9
ν_{12}	0.058	0.5	0.5
ν_{23}		1.0E-9	1.0E-9
ν_{31}		1.0E-9	1.0E-9
G_{12} (MPa)	4270	0.345	0.345
G_{23} (MPa)	4140	137.9	137.9
G_{31} (MPa)	4140	40	40
ρ (kg/m ³)		48.1	48.1

Para la piel el modelo de elementos finitos asume que tiene el siguiente laminado [(90/45)₂/CORE]_s. La degradación del material de la piel se va a tener en cuenta reduciendo un porcentaje determinado las propiedades de la lámina virgen [5].

En el caso del núcleo las figuras 5 y 6 muestran la ley de esfuerzo-deformación que siguen los elementos según la dirección del espesor, una para los elementos inicialmente intactos y otra para los inicialmente dañados.

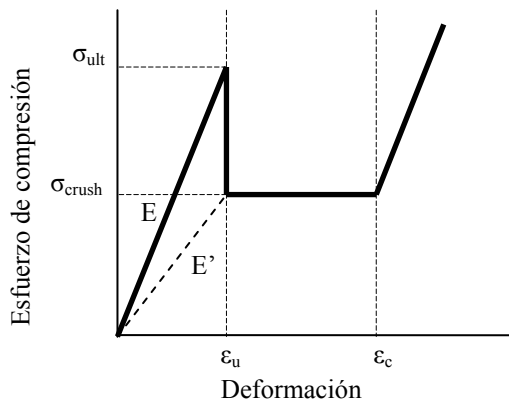


Figura 5. Ley de esfuerzo-deformación para el núcleo sin dañar

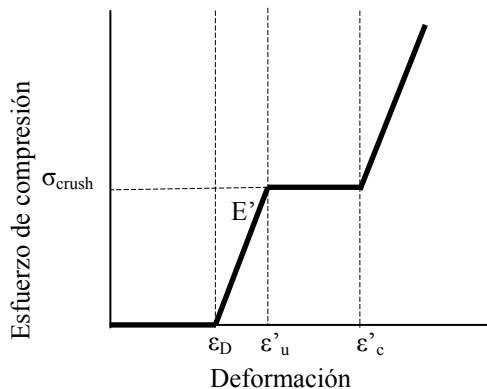


Figura 6. Esfuerzo-deformación en el núcleo dañado

La zona inicialmente intacta sigue una ley que puede dividirse en tres regiones distintas:

- Una región elástica hasta que se alcanza el esfuerzo último, σ_{ult} , y la deformación última, ϵ_u .
- Otra región que corresponde al aplastamiento progresivo a un nivel de esfuerzo más o menos constante, σ_{crush} .
- Y una región final en la cual se incrementa rápidamente el esfuerzo con mayor deformación.

En la figura 5 ϵ_c es la deformación a la cual se compacta el núcleo. En el caso de que el núcleo esté dañado debido al impacto, la respuesta del material debe ser distinta a la de la figura 5. En la que se muestra el comportamiento que tiene en la dirección del espesor el núcleo dañado. En este caso la ley esfuerzo-deformación se asemeja bastante a una ley perfectamente elástica aunque finalmente acaba subiendo el nivel de esfuerzos. Para asegurar la

estabilidad numérica de la solución la pendiente inicial de la ley de esfuerzo-deformación viene dada por σ_D/ϵ_D , donde $\sigma_D = 0.1\sigma_{crush}$. Además llegado a cierto valor de deformación, ϵ_D , la rigidez del núcleo se incrementa $E' \approx \sigma_{crush}/\epsilon_u$. La deformación a la que ocurre esta transición se puede aproximar por [1, 3, 4]. Por otro lado el inicio del progresivo aplastamiento del núcleo a un nivel constante de esfuerzo, σ_{crush} , ocurre cuando el valor de la deformación llega al valor crítico.

$$\epsilon_D \approx \frac{\delta_c - \delta_l}{t_c - \delta_l} \quad \epsilon'_u = \frac{\sigma_{crush} - \sigma_D}{E'} + \epsilon_D \quad (1, 2)$$

Finalmente también se realiza la hipótesis de que la compactación total del núcleo se produce en el mismo valor de deformación para ambos modelos $\epsilon'_c \approx \epsilon_c$.

3.3. Cargas

La carga de compresión del modelo se introduce mediante una MPC rígida. La MPC une un nodo donde se aplica la carga a todos los nodos del lado empotrado del panel (ver figura 7).

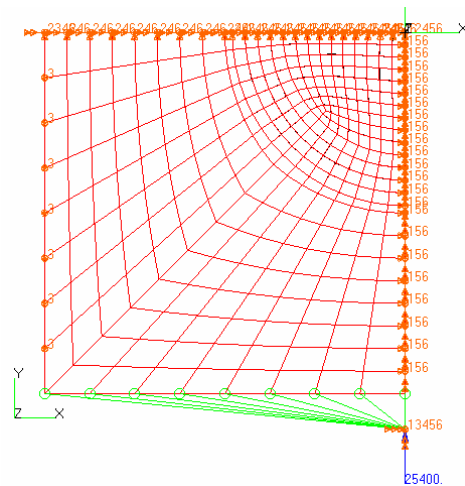


Figura 7. Carga y condiciones de contorno del panel

3.4. Condiciones de contorno

Las condiciones de contorno son las siguientes:

- Lado empotrado: Se restringen las traslaciones según el eje X y Z y las rotaciones según los ejes X, Y y Z en el lado donde se aplica la carga.
- Lado apoyado: Se restringe las traslaciones en Z del otro lado del panel.
- Simetría del plano XZ.
- Simetría del plano YZ.

4. RESULTADOS

Con el fin de establecer las capacidades de esta modelización y más específicamente de este modelo de elementos finitos para predecir la respuesta estructural y la resistencia residual, se han comparado los resultados experimentales obtenidos de los ensayos con los resultados obtenidos del modelo al realizar un análisis no lineal con grandes desplazamientos. Los valores a comparar son las deformaciones obtenidas del ensayo

con las deformaciones obtenidas del modelo FEM y los resultados de los modelos de las referencias [1, 3, 4]. La figura 8 muestra un esquema del panel ensayado. Se utilizaron extensímetros posicionados en ambas superficies. Para las propiedades de la piel dañada se consideran el 100%, 75%, 50%, 25% y 0% de las propiedades de la lámina intacta [5]. En las siguientes figuras se comparan los esfuerzos nominales en el campo lejano calculados mediante el modelo y el ensayo, N_{yy} , en función de la deformación local de la piel, ϵ_{yy} , a distancias de 88.9, 50.8 y 38.1 mm (galgas 1, 2 y 3) del centro del panel en la superficie del impacto y justo en el centro del panel en la superficie opuesta al impacto (galga 4).

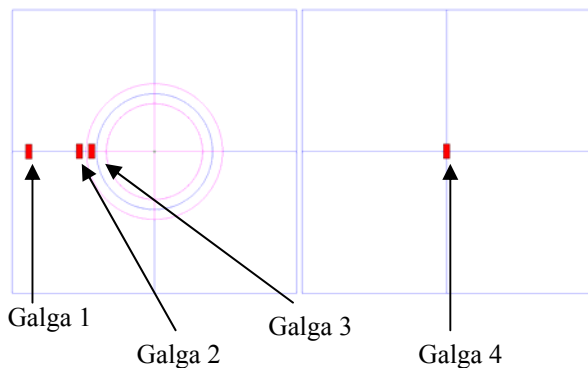


Figura 8. Localización de los extensímetros

La figura 9 se muestran los resultados de los esfuerzos nominales en el campo lejano, N_{yy} , en función de la deformación local de la piel, ϵ_{yy} , a una distancia de 88.9 mm del centro del panel (galga 1). Los resultados del ensayo muestran una respuesta casi lineal hasta que la carga del ensayo se acerca a la carga de fallo. Las predicciones del modelo FEM se ajustan bastante bien con los resultados experimentales así como los resultados de [1, 3, 4] en todo el rango esfuerzo deformación.

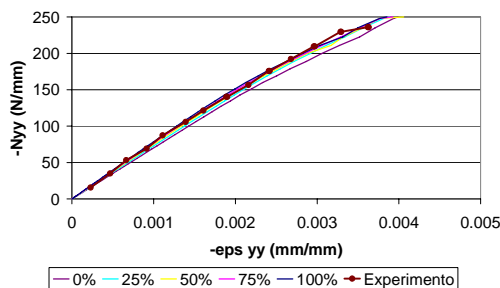


Figura 9. Resultados de esfuerzo-deformación local del modelo FEM y de la galga 1

La figura 10 muestra los resultados de los esfuerzos nominales en el campo lejano calculados mediante el modelo, y se comparan con los datos el ensayo y los modelos FEM de las referencias, N_{yy} , en función de la deformación local de la piel, ϵ_{yy} , a una distancia de 50.8 mm del centro del panel (galga 2). Hay que destacar que la galga extensométrica está situada justo fuera de la frontera donde empieza a estar dañado el núcleo ($R_c =$

48.7 mm). La curva experimental tiene un comportamiento no lineal en la mayoría del rango de valores con un gran descenso en la pendiente de la curva cuando se acerca a la carga de fallo. El modelo FEM predice una pendiente inicial de las curvas mayor que la inicial siendo la de peores propiedades de la piel la más cercana a los valores del ensayo. Ésta diferencia va decreciendo según aumentamos la carga hasta llegar a valores muy próximos con 200 N/mm y propiedades de la piel de 50, 25%.

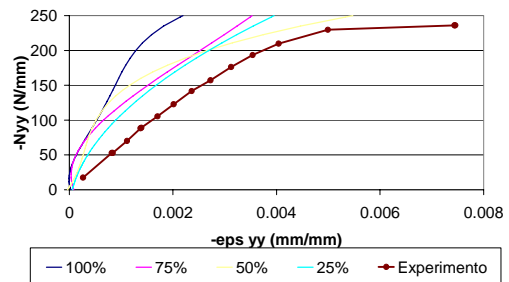


Figura 10. Resultados de esfuerzo-deformación local del modelo FEM y de la galga 2

La Figura 11 compara los resultados de los esfuerzos nominales en el campo lejano en función de la deformación local de la piel, ϵ_{yy} , a una distancia de 38.1 mm del centro del panel (galga 3). Hay que destacar que la galga extensométrica está situada justo dentro de la frontera donde empieza a estar dañado el núcleo ($R_c = 48.7$ mm) e incluso dentro de la zona donde la piel también está dañada ($R_f = 41.3$ mm). El panel mostraba un daño visible muy significativo después del impacto, lo que introduce incertidumbres en los datos aportados por el extensímetro. La degradación en las propiedades de la piel tiene la misión de tener en cuenta el daño de la piel para las zonas próximas a ella, y no exactamente en ella. El modelo FEM predice una pendiente inicial de la curva muy próxima al valor experimental, sin embargo según nos acercamos a la carga de fallo los valores de las curvas del 100%, 75%, 25% se alejan de la experimental que se acerca a su vez a la curva con un valor de las propiedades de la piel intacta del 0%. La figura 12 muestra los esfuerzos nominales en el campo lejano en función de la deformación local de la piel, ϵ_{yy} , en el centro del panel de la superficie opuesta al impacto (galga 4). Aunque no había ninguna evidencia visible de ningún bulto o protuberancia o cualquier otro tipo de daño en la parte de atrás el panel después del impacto, las deformaciones medidas en el centro del panel muestran una transición desde una compresión inicial a una tensión. Observando los resultados obtenidos del modelo FEM no se produce esta transición de compresión a tracción, sin embargo sí que existe esa tendencia. Los valores de compresión aumentan hasta un máximo para ir luego decreciendo e incluso llegar algún valor positivo cerca de la carga de fallo en el caso de la curva con propiedades de la piel del 100% de la lámina de piel intacta. Las referencias [1,3,4] sugieren que este comportamiento de la zona posterior del panel juega un papel fundamental en el proceso de fallo.

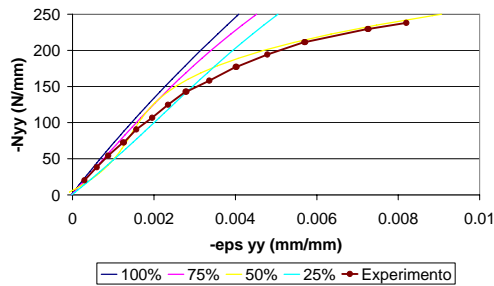


Figura 11. Resultados de esfuerzo-deformación local del modelo FEM y de la galga 3

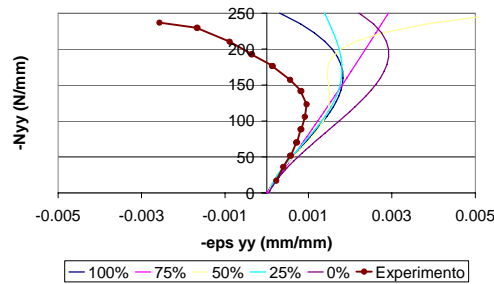


Figura 12. Resultados de esfuerzo-deformación local del modelo FEM y de la galga 4

La figura 13 muestra la distribución de deformación a lo largo de línea $y = 0$ para distintos niveles de carga y unas propiedades de la piel dañada del 100% de la piel intacta.

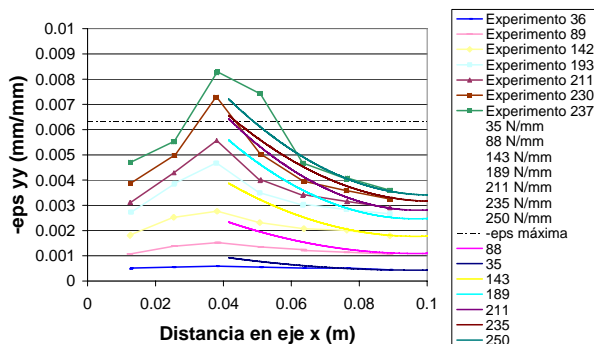


Figura 13. Distribución de las deformaciones a lo largo de la línea $y=0$ (piel con un 100% de las propiedades de la piel intacta)

Se produce un máximo en la distribución de concentración al aumentar los niveles de carga debido a la flexión de la piel. Cuando aumentan los esfuerzos en el campo lejano se produce un aumento significativo en el gradiente de las deformaciones cerca del valor de $x = R_c = 48.7$ mm ya que el núcleo de debajo empieza a aplastarse. Los resultados del modelo FEM captan el comportamiento general de la distribución de deformaciones pero existen diferencias entre el valor experimental y el predicho en la región $x < R_c$. Para niveles de carga cercanos a la carga de fallo el modelo FEM predice deformaciones algo inferiores a las medidas en el ensayo. Si se realiza la hipótesis de que el panel en compresión falla cuando se alcanza la deformación que hizo fallar un panel de las mismas

características pero sin impacto, entonces, basándonos en los resultados obtenidos del modelo FEM, el fallo ocurre para un valor del esfuerzo en el campo lejano de algo más de 250 N/mm, frente a 237 N/mm medidos experimentalmente. Como ya se ha mencionado, la modelización con el 100% de las propiedades de la piel intacta en la zona del impacto no simula bien la transferencia de carga. Estos resultados revelan que, degradando las propiedades de la piel debido al impacto, se produce un descenso en la carga de fallo predicha (250 N/mm para el 100%, 235 N/mm para el 50% y 211 N/mm para el 0%).

5. CONCLUSIONES

El modelo propuesto predice la resistencia residual de estructuras sándwich con laminados de fibra de carbono resina epoxy y núcleo Nomex de panel de abeja dañadas por un impacto sometidas a compresión después de impacto (CAI). Los resultados experimentales permiten establecer los parámetros (profundidad y tamaño de la huella del impacto, profundidad y tamaño donde las paredes de las celdas del núcleo están pandeadas, etc.) que establecen las condiciones del daño por impacto. El comportamiento no lineal del núcleo debe conservarse en el modelo. Se ha estudiado la degradación de las propiedades de la piel que es sometida al impacto, la redistribución del esfuerzo que produce y su influencia en la resistencia residual del panel completo. Además, los resultados de distribuciones de deformaciones de la piel obtenidos del modelo se ajustan a los valores medidos experimentalmente. Finalmente, el modelo estima una resistencia residual muy próxima a la medida en los ensayos.

AGRADECIMIENTOS

Este trabajo ha sido financiado, en parte, por el convenio DPI2005-08276 del Ministerio de Educación y Ciencia. El trabajo se integra dentro del convenio de colaboración entre el INTA, EADS/MTAD y la UPM.

REFERENCIAS

- [1] Lacy T E, Hwang Y. *Numerical modeling of impact-damaged sandwich composites subjected to compression-after-impact loading*. Composite Structures 61 (2003) 115–128.
- [2] Rizov V, Shipsha A, Zenkert D. *Indentation study of foam core sandwich composite panels*. Composite Structures 69 (2005) 95–102.
- [3] Shpyrykevich P, Tomblin JS, Ilciewicz L. *Guidelines for Analysis, Testing, and Nondestructive Inspection of Impact-Damaged Composite Sandwich Structures*. DOT/FAA/AR-02/121; 2003.F.
- [4] Tomblin J S, Raju K S, Arosteguy G. *Damage Resistance and Tolerance of Composite Sandwich Panels—Scaling Effects*. DOT/FAA/AR-03/75; 2004.
- [5] Newport Adhesives and composites, inc. A subsidiary of Mitsubishi Rayon Co, Ltd. Newport 321, Product Data Sheet. PL.NB321.020906; 2006.

SIMULACION DE PANELES DAÑADOS EN MODELOS ESTRUCTURALES GLOBALES

M. Chimeno Manguán¹, J. López Díez¹, I. Armendáriz Benítez²

¹ Departamento de Vehículos Aeroespaciales, E.T.S. de Ingenieros Aeronáuticos,
Universidad Politécnica de Madrid,
Plaza del Cardenal Cisneros 3,
28040 Madrid, España.
E-mail: marcos.chimeno@upm.es jesus.lopez.diez@upm.es

² Departamento de Materiales, Instituto Nacional de Técnicas Aeroespaciales - INTA,
Carretera de Ajalvir km 4,
28850 Torrejón de Ardoz (Madrid), España.
E-mail: armendarizbi@inta.es

RESUMEN

Los modelos numéricos de elementos estructurales, como paneles, que representan el comportamiento estructural tras haber sufrido el impacto de un objeto que deteriora su comportamiento a resistencia suelen emplearse para deducir el valor límite de la resistencia que debe admitirse para los elementos estructurales de los cuales forman parte.

Si bien la resistencia a compresión y tracción de un elemento estructural después de haber sufrido un impacto por un objeto con baja energía, suelen determinarse experimentalmente, y los valores medidos se emplean para definir los admisibles, la simulación numérica comienza a emplearse para reducir el número de ensayos necesarios. Puesto que los modelos empleados para la determinación de la resistencia después de impacto suelen ser muy detallados, su incorporación en modelos globales resulta numéricamente poco eficaz.

En este trabajo se propone emplear elementos de adaptación de mallas para integrar modelos detallados, con mallas de gran densidad, dentro de modelos globales con mallas cuya densidad sea compatible con el modelo estructural de la aeronave o de un elemento completo. Se propone realizar modelos detallados de la zona afectada por el impacto, introduciendo las propiedades mecánicas tras un impacto de baja velocidad, e integrar esta subestructura dentro del modelo global. Se analizan distintas técnicas de adaptación de mallas, y diferentes modelos de elementos de adaptación, para integrar modelos locales dentro de globales sin incrementar de forma considerable el tamaño del modelo global.

ABSTRACT

Numerical models of structural elements, such as panels, which represent the structural behaviour after have been impacted by an object that reduce its strength, are often used to deduce the limit value of structural strength that must be admitted in the structural elements in which are involved.

While residual strength in compression and traction loads of an structural element after a low velocity impact use to be determined experimentally, the numerical simulation starts to be used to decrease the number of tests required. Given that the models analyzed for the determination of the residual strength after impact use to be very detailed ones, its inclusion in global models is not numerically efficient.

This paper propose to use mesh adaptation elements to integrate detailed models, with high mesh density, in global models with meshes which density is compatible with the structural model of the aircraft, or with one full element. It is proposed to make detailed models of the affected area by the impact, introducing the mechanical properties after a low velocity impact, and integrate this substructure in the global model. Several mesh adaptation techniques and adaptation element types are analyzed to integrate local models in global models without increase the size of the whole model.

PALABRAS CLAVE: Resistencia Residual, Simulación numérica, Elementos de Interface, Adaptación de mallas

1. INTRODUCCIÓN

En la actualidad, los materiales compuestos se emplean cada vez más dentro de la industria aeronáutica. En los últimos tiempos estos materiales se están introduciendo en elementos de responsabilidad principal haciendo necesario un mayor conocimiento de su comportamiento.

Uno de los principales problemas (y diferencias con los materiales metálicos) reside en el comportamiento tras un impacto [1,2,3]. En el caso de un impacto de baja velocidad, donde el daño producido no es apreciable (BVID), las propiedades mecánicas del material se ven afectadas.

Esto hace que en los últimos tiempos se este trabajando en el análisis de las propiedades residuales [3,4,5]. Este análisis se realiza experimental realizando ensayos de compresión y tracción después de impacto (CAI y TAI).

Las condiciones de contorno de los ensayos indicados son diferentes a las de operación del elemento estructural afectado por lo que es necesario analizar el problema mediante la simulación numérica. Esto conduce a grandes densidades de malla.

Para no aumentar considerablemente el coste numérico de la simulación se propone realizar un modelo detallado del elemento afectado y su integración posterior en el modelo global [6].

Se proponen diferentes metodologías de adaptación de mallas para la integración de ambos modelos: transición de malla, elementos elásticos de interpolación (RSPLINE) [7,8] y elementos de interface [9,10].

2. MODELO DE ELEMENTO DAÑADO

Para evaluar los diferentes elementos de adaptación se propone una geometría de análisis que representa un daño típico en estructuras de material compuesto. El elemento estructural analizado es un panel cuadrado de 200 mm x 200 mm, correspondiente a una estructura quasi-isotrópica de material compuesto, de 2 mm de espesor, con el siguiente apilado $[0/+45/90/-45]_{2S}$ de laminas T300/976. Las propiedades mecánicas de las láminas se recogen en la tabla 1.

Tabla 1. Propiedades mecánicas de la lámina de T300/976

E_{11} (MPa)	135200
E_{22} (MPa)	9241
G_{12} (MPa)	6276
ν_{12}	0.318
ρ_{XY} (kg/m ³)	1535.7

Las propiedades globales del material compuesto, a partir de la teoría clásica de laminados se recogen en la tabla 2.

Tabla 2. Propiedades mecánicas del material compuesto.

E_X (MPa)	53310
E_Y (MPa)	53310
G_{XY} (MPa)	20580
ν_{XY}	0.295
ρ_{XY} (kg/m ³)	1535.7

La geometría seleccionada es la correspondiente al ensayo tradicional para CAI. El panel de material compuesto se empotra en dos lados opuestos, donde se aplica la carga de compresión, y se encuentra simplemente apoyado en los otros dos lados.

El daño en materiales compuestos por impactos de baja velocidad se componen de dos zonas de daño diferenciadas; un área de daño central circular (ADC) localizada directamente debajo del impacto y un área de daño externa (ADE) menos dañada que se expande radialmente rodeando la primera. El daño de la primera zona es debido directamente al impacto mientras que el segundo se debe a la propagación del daño anterior.

La geometría de daño analizada en el presente trabajo responde al impacto de un impactador estándar semiesférico de 12 mm de diámetro. Se modeliza entonces una zona central de daño de 6 mm de radio y una corona circular de daño secundario de 2 mm de espesor. Un esquema de la geometría indicada se muestra en la figura 1.

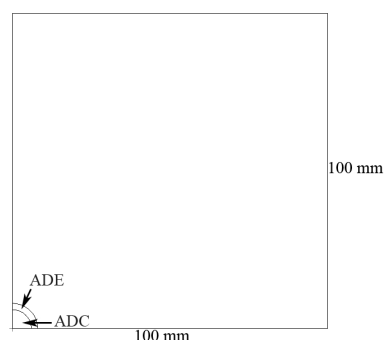


Figura 1. Geometría analizada, con dos zonas de daño.

El daño producido en las dos zonas indicadas se representa mediante una degradación de las propiedades mecánicas del material. Para la zona central de daño directo se considera una degradación del 50 % de las propiedades. En la zona de daño externa las propiedades mecánicas son un 70% de las del material sin dañar.

3. ADAPTACIÓN DE MALLA

Sobre el modelo de elemento dañado presentado se estudia la adaptación de malla con diferentes elementos de transición. También se estudia la influencia de la posición de la transición de malla respecto a la zona dañada.

Se propone realizar la transición de malla en tres posiciones diferentes: En el límite de la zona dañada y a una distancia de una y dos veces la dimensión del daño (8 mm). La posición de la transición de malla, en función de la distancia a la zona dañada, en distancias del tamaño del daño, se representa en la figura 2.

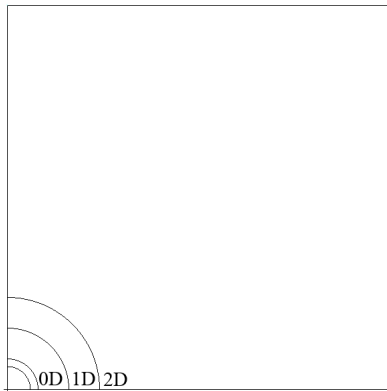


Figura 2. Posiciones de la transición de malla.

Para realizar la adaptación de malla entre la zona del elemento dañada, con gran densidad de malla, y la zona externa del elemento, se proponen tres metodologías de adaptación:

- Adaptación de malla: Con esta metodología existe una transición no discreta, existiendo una zona de transición en la que los elementos varían de la densidad de malla alta a la zona de menor densidad de malla.
- Elementos elásticos de interpolación (RSPLINE): La transición se produce de modo discreto a lo largo de una curva. Se introduce un elemento elástico que interpola los desplazamientos de los nodos fronterizos de las dos zonas de diferente densidad de malla.
- Elementos de interface: Estos elementos, que conectan las dos regiones de diferente densidad de malla, permiten la aplicación de principios energéticos variacionales para compatibilizar los campos de desplazamientos de ambas regiones de malla.

Para los diferentes modelos de adaptación de malla y posición de la transición de malla se estudian dos modelos en función de la relación de tamaño entre la malla fina de la zona dañada y la malla más grosera de la zona externa del elemento estructural. Se presentan los resultados para una relación de malla 1:2 y 1:4. El modelo de referencia de malla fina en todo el elemento

y dos ejemplos de las relaciones de malla se muestran en la figura 3.

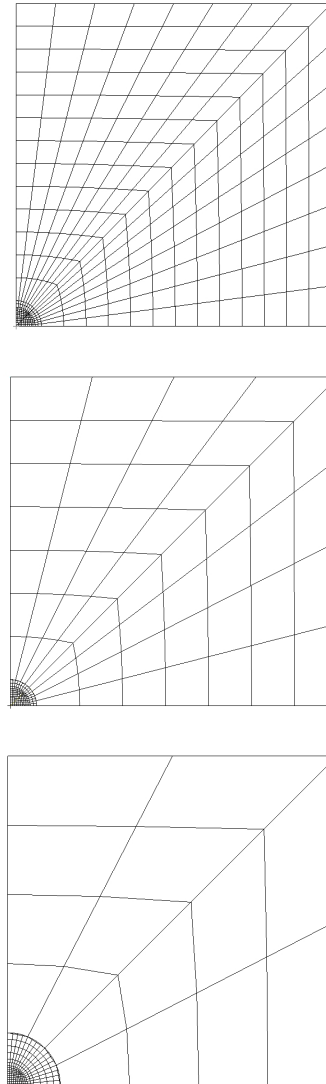


Figura 3. Visión general de la malla de referencia (0D) y los mallados con relación 1:2 (0D) y 1:4 (1D)

El tamaño de los diferentes modelos (en número de elementos) se recogen en la tabla 3 así como el tamaño relativo con el modelo de referencia correspondiente.

Tabla 3. Tamaño de los modelos estudiados en número de elementos

	Modelo	0D	1D	2D
1:2	Referencia	336	384	432
	Adaptación	200	256	312
		(60%)	(66%)	(72%)
	RSPLINE	184	240	296
	Elm. Interface	(55%)	(63%)	(68%)
	Adaptación	156	220	284
1:4		(46%)	(57%)	(66%)
	RSPLINE	144	208	272
	Elm. Interface	(43%)	(54%)	(63%)

4. RESULTADOS

La influencia de las diferentes metodologías de adaptación se estudia a través de dos análisis del elemento estructural dañado: un análisis del comportamiento lineal del elemento a través de los modos y frecuencias propias del mismo y un análisis no lineal que representa el ensayo de compresión después de impacto con la simulación del pandeo del panel dañado.

El comportamiento de los diferentes modelos de adaptación de malla se analiza en comparación con el comportamiento del modelo analizado para el modelo de referencia a través de las frecuencias propias y las cargas de pandeo adimensionalizadas con las correspondientes al modelo de referencia.

4.1 Comportamiento lineal

Las frecuencias adimensionales para los primeros modos propios se muestran en las figuras 4 y 5, para las transiciones de malla en la frontera de la zona dañada y a una y dos veces la dimensión del daño

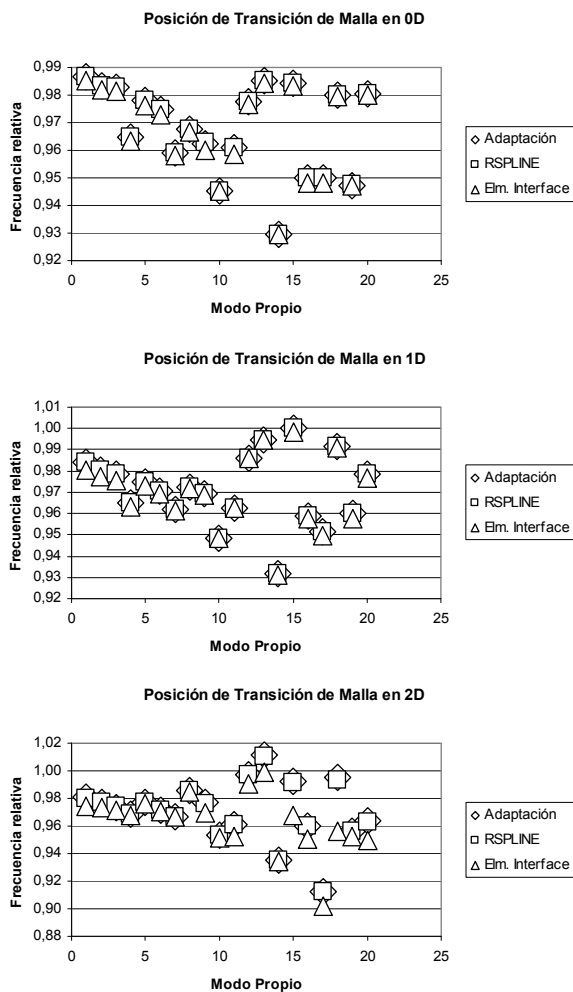


Figura 4. Frecuencias propias adimensionalizadas para la relación de malla 1:2 y las diferentes posiciones de la transición de malla

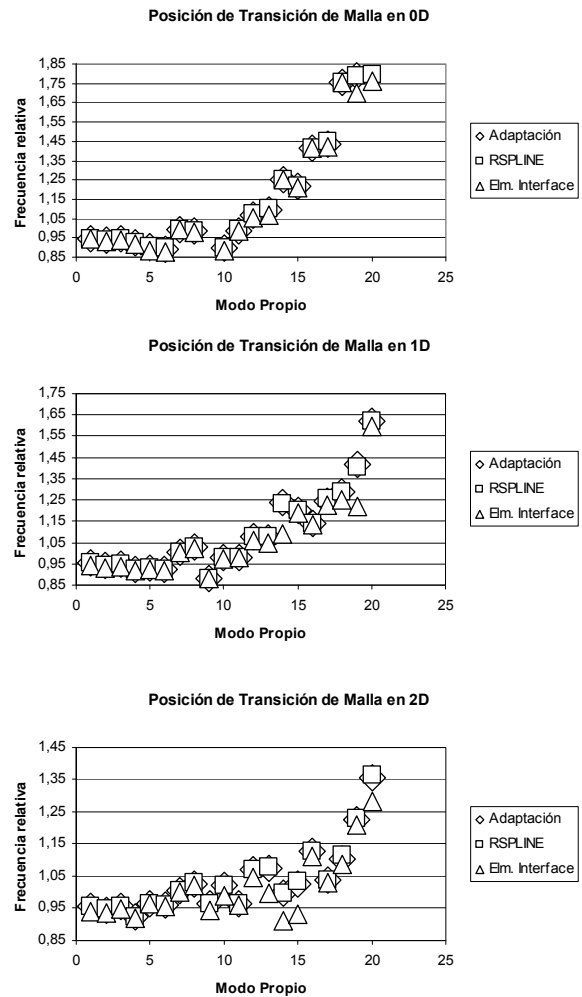
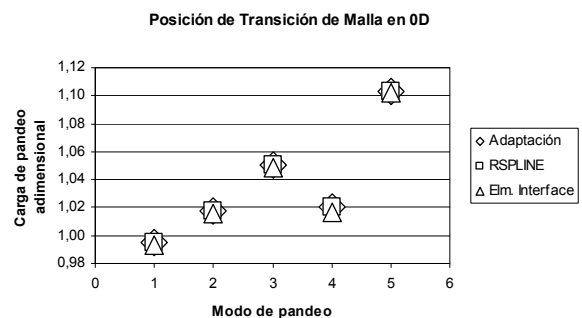


Figura 5. Frecuencias propias adimensionales para la relación de malla 1:4 y las diferentes posiciones de la transición de malla

4.2 Comportamiento no lineal

Las cargas de pandeo del modelo correspondientes a los primeros cinco modos de pandeo se muestran en las figuras 6 y 7. Se representa el valor de la carga adimensionalizado con el correspondiente para el modelo de referencia.



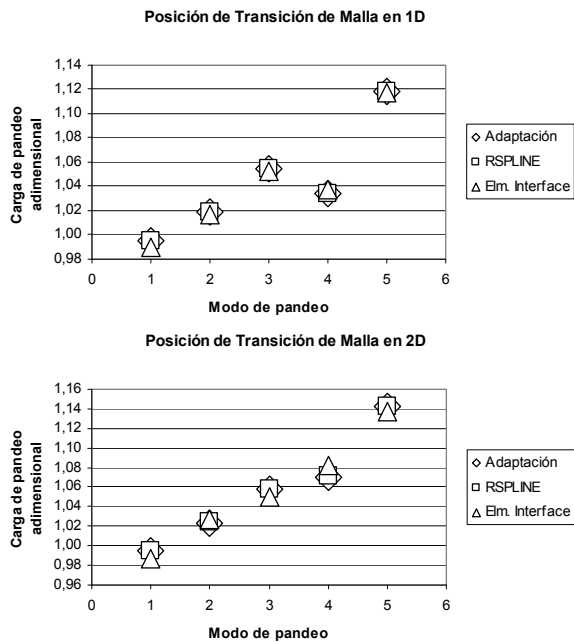


Figura 6. Cargas de pandeo adimensionales para la relación de malla 1:2 y las diferentes posiciones de la transición de malla

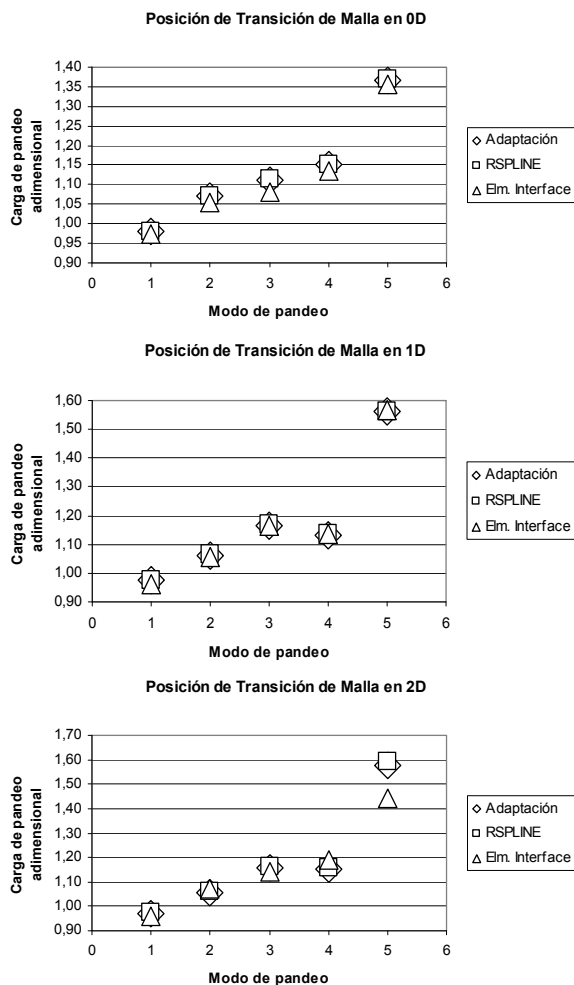


Figura 7. Cargas de pandeo adimensionales para la relación de malla 1:4 y las diferentes posiciones de la transición de malla

5. ANÁLISIS

A partir de los resultados mostrados en las anteriores gráficas, se pueden obtener las siguientes conclusiones sobre las diferentes metodologías de adaptación de mallas analizadas.

5.1 Comportamiento lineal

La relación de malla 1:2 proporciona mejores resultados que la relación 1:4 para el rango de alta frecuencia, como corresponde al menor tamaño general de los elementos finitos del modelo.

Para el rango de frecuencias donde la resolución de la malla proporciona resultados adecuados (baja frecuencia para la relación 1:4 y todo el rango de frecuencias para la relación 1:2) se obtienen resultados consistentemente menores que los del modelo de referencia sin elementos de interface.

Respecto a la influencia de la posición de la transición de malla se observa:

Cuanto mayor es la relación de mallas, mayor es la influencia de la posición de la transición de malla en el modelo: Para la relación de malla 1:4 se produce una variación en el error un orden de magnitud mayor que para la relación de malla 1:2

Cuanto mayor es la relación de malla, una posición de la transición de malla más alejada proporciona resultados coherentes para mayores frecuencias (al disminuir el tamaño medio de elemento en todo el modelo).

Si se observa los resultados para el modelo con la transición de malla a una distancia de un tamaño de daño (1D) el modelo de relación de malla 1:4 proporciona un error en los primeros modos propios del orden del 5%, frente al error medio del modelo 1:2 que es del orden del 3%. Sin embargo el modelo de relación 1:4 supone una reducción en el tamaño del modelo (en número de elementos) del 56% frente al 65% del modelo de relación de mallas 1:2.

5.2 Comportamiento no lineal

Los resultados de los modelos con adaptación de mallas son menos sensibles a la posición de la transición de malla en su comportamiento no lineal. Como se puede ver en los resultados anteriores, no se aprecia una variación importante en el error para las cargas de pandeo con la posición de la transición de malla.

De nuevo se observa que los resultados obtenidos con la adaptación de mallas mediante elementos de interface proporcionan valores de las cargas de pandeo consistentemente menores que con las otras técnicas de adaptación de mallas.

También se observa que todas las metodologías de adaptación de mallas estudiadas proporcionan valores de las cargas de pandeo mayores que los modelos de referencia.

En este caso, la tendencia de los elementos de interface a reducir la carga de pandeo del modelo frente a las otras metodologías proporciona resultados más aproximados a los valores de referencia aunque no compense la tendencia indicada en el párrafo anterior.

AGRADECIMIENTOS

Los autores desean agradecer la financiación para el presente trabajo al Ministerio Educación y Ciencia bajo el contrato de investigación DPI2005-08276. El trabajo se integra dentro del convenio de colaboración entre el INTA, EADS/MTAD y la UPM.

REFERENCIAS

- [1] G.A.O. Davies y X. Zhang, *Impact damage prediction in carbon composite structures*, *International Journal of Impact Engineering*, Vol. 16, No. 1, pp. 149-170, 1995.
- [2] X. Zhang, L. Hounslow y M. Grassi, *Improvement of low-velocity impact and compression-after-impact performance by z-fibre pinning*, *Composite Science and Technologies* 66, pp. 2785-2794, 2006.
- [3] A.R. Chambers, M.C. Mowlem y L. Dokos, *Evaluating impact damage in CFRP using fibre optic sensors*, *Composite Science and Technologies* 67, pp. 1235-1242, 2007.
- [4] Ever J. Barbero y John Tomblin, *A damage mechanics model for compression strength of composites*, *International Journal of Solids Structures*, Vol. 33, No. 29, pp. 4379-4393, 1996.
- [5] Xiaodong Tang, Zhen Shen, Puhui Chen y Michael Gaedke, *Methodology for residual strength of damaged laminated composites*, 38th AIAA/ASME/ASCE/AHS/ASC Structures, Structural Dynamics, and Materials Conference and Exhibit, AIAA-1997-1220, 1997.
- [6] M.A. Aminpour, J.B. Ranson y S.L. McCleary, "Coupled analysis of independently modelled finite element sub-domains", 33rd AIAA/ASME/ASCE/AHS/ASC Structures, Structural Dynamics and Materials Conference, AIAA-92-2235-CP, 1992.
- [7] MSC/NASTRAN 2005. *Quick Reference Guide Version 70.5*, The MacNeal-Schwendler Corporation, Los Angeles, California.
- [8] MSC/NASTRAN 2003. *Linear Static Analysis, User's Guide Ransom*, The MacNeal-Schwendler Corporation, Los Angeles, California.
- [9] J.b. Ransom, S.L. McCleary y M.A. Aminpour, "A new interface element for connecting independently modelled substructures", 34rd AIAA/ASME/ASCE/AHS/ASC Structures, Structural Dynamics and Materials Conference, AIAA-93-1503-CP, 1993.

MODELO NUMÉRICO PARA PROBLEMAS DE FRACTURA EN MATERIALES COMPUESTOS MAGNETOELECTROELÁSTICOS BAJO CARGA DINÁMICA ARMÓNICA

A. Sáez^{1A}, R. Rojas^{1B}, F. García²

¹ Departamento de Mecánica de Medios Continuos, E.T.S. de Ingenieros,
Universidad de Sevilla, Camino de los Descubrimientos s/n,
41092 Sevilla, España.
E-mail: ^{1A}andres@us.es, ^{1B}rojasdiaz@us.es

² Departamento de Ingeniería Civil, Escuela de Ingenieros Industriales,
Universidad de Málaga, Campus de El Ejido s/n,
29013 Málaga, España.
E-mail: fgsanchez@uma.es

RESUMEN

En este trabajo se implementa la formulación dual o mixta del método de los elementos de contorno (MEC) para el análisis de problemas de fractura en sólidos planos (2-D) magnetoelastostáticos sometidos a cargas dinámicas de tipo armónico. La solución fundamental dinámica se obtiene, por aplicación de la transformada de Radon, como integrales de línea sobre una circunferencia de radio unidad. Esta solución puede descomponerse en la suma de una parte singular, independiente de la frecuencia y que coincide con la solución fundamental estática, más una parte regular que sí depende de la frecuencia. De esta manera, las integrales singulares e hipersingulares propias de este tipo de formulaciones pueden evaluarse mediante el mismo procedimiento de regularización previamente desarrollado por los autores para aplicaciones estáticas. Posteriormente, sólo resulta necesario añadir términos regulares para resolver el problema dinámico. En la parte final del trabajo se presentan resultados para la difracción de ondas longitudinales por grietas de diversa geometría.

ABSTRACT

A mixed or dual boundary element method is implemented for the study of crack problems in two-dimensional (2-D) magnetoelastostatic solids under time-harmonic loading conditions. The Radon transform technique is used to derive the dynamic time-harmonic Green's functions for 2-D fully anisotropic magnetoelastostatic media. The resulting dynamic fundamental solution is obtained in the form of line integrals over a unit circumference that can be split into singular plus regular terms. The singular terms correspond to the static magnetoelastostatic Green's functions. In this manner, integrals containing the singular and hypersingular terms arising in the displacement and traction boundary integral equations are computed following the same procedure developed by the authors for statics, so that subsequently only regular (frequency dependent) terms need to be added in order to solve the dynamic problem. Results for scattering of P-waves by various crack configurations are presented and discussed.

PALABRAS CLAVE: Materiales magnetoelastostáticos, Dinámica, Método de los elementos de contorno.

1. INTRODUCCIÓN

El reciente desarrollo de materiales compuestos formados por fases piezoeléctricas y elastomagnéticas ha dado lugar a materiales con acoplamiento magneto-electro-elástico. En particular el acoplamiento electro-magnético es una nueva propiedad del compuesto, no presente en ninguna de las dos fases por separado [1,2]. El material compuesto resultante tiene por tanto la capacidad de convertir energía entre los campos mecánico, eléctrico y magnético, aportando de esta manera nuevas posibilidades en aplicaciones de control.

Si bien existen materiales en la naturaleza que muestran un comportamiento acoplado magnetoelastostático, la respuesta electromagnética es hasta dos órdenes de magnitud superior en el caso de los materiales compuestos.

En este trabajo se presenta un modelo numérico 2-D para el estudio de problemas de fractura en materiales magnetoelastostáticos bajo cargas dinámicas armónicas, basado en la formulación hipersingular del método de los elementos de contorno (MEC).

En la primera parte del trabajo se presentan las ecuaciones de comportamiento de los sólidos magnetoelastoelectroelásticos para, a continuación, discutir alguno de los aspectos clave de la implementación numérica de la solución fundamental de Rojas-Díaz et al. [3]. Las técnicas de integración empleadas son una extensión de las propuestas por Sáez et al. [4] para sólidos piezoeléctricos. Se emplean elementos de tipo cuadrático, tanto continuos como discontinuos, y elementos a un cuarto en los bordes de la grieta, que permiten representar los desplazamientos de apertura de grieta y las discontinuidades en los potenciales eléctrico y magnético que la grieta introduce. A partir de los valores de desplazamientos y potenciales en los nodos del elemento a un cuarto se evalúan directamente los factores de intensidad de tensiones (FIT), de desplazamiento eléctrico (FIDE) y de inducción magnética (FIIM). En la parte final del trabajo se valida la formulación y se presentan nuevos resultados para varias configuraciones de interés.

2. ECUACIONES BÁSICAS DEL PROBLEMA MAGNETOELECTROELÁSTICO

Las ecuaciones que describen el comportamiento de un material magnetoelastoelectroelástico lineal 2-D pueden formularse de una forma análoga al problema elástico considerando un vector de desplazamientos generalizado que incluya, junto con los desplazamientos elásticos, los potenciales eléctrico (ϕ) y magnético (φ), y un tensor de tensiones generalizado que incorpore los desplazamientos eléctricos (D_i) y las inducciones magnéticas (B_i) [5]

$$u_I = \begin{cases} u_i & I=1,2 \\ \phi & I=3 \\ \varphi & I=4 \end{cases} ; \quad \sigma_{IJ} = \begin{cases} \sigma_{ij} & J=1,2 \\ D_i & J=3 \\ B_i & J=4 \end{cases} \quad (1)$$

de manera que las ecuaciones del movimiento generalizadas se podrían escribir como

$$C_{ijkl} u_{K,jl} = -F_J + \rho \delta_{JK}^* \frac{\partial^2 u_K}{\partial t^2} \quad (2)$$

donde ρ es la densidad y C_{ijkl} es el tensor de constantes elásticas generalizado

$$C_{ijkl} = \begin{cases} C_{ijkl} & J, K=1,2 \\ e_{lij} & J=1,2; K=3 \\ h_{lij} & J=1,2; K=4 \\ e_{ikl} & J=3; K=1,2 \\ -\kappa_{il} & J, K=3 \\ -\beta_{il} & J=3; K=4 \\ h_{ikl} & J=4; K=1,2 \\ -\beta_{il} & J=4; K=3 \\ -\gamma_{il} & J, K=4 \end{cases} \quad (3)$$

donde C_{ijkl} , κ_{il} y γ_{il} son el tensor de comportamiento elástico, las permitividades dieléctricas y las permeabilidades magnéticas, respectivamente y e_{lij} , h_{lij} y β_{il} son los coeficientes que definen los acoplamientos piezoeléctrico, elastomagnético y electromagnético, respectivamente. En la ecuación (2) δ_{JK}^* es la delta de Kronecker generalizada y F_J denota el vector de fuerzas de volumen generalizado

$$\delta_{JK}^* = \begin{cases} \delta_{jk} & J, K=1,2 \\ 0 & J, K=3,4 \end{cases} ; \quad F_J = \begin{cases} b_j & J=1,2 \\ -f_e & J=3 \\ -f_m & J=4 \end{cases} \quad (4)$$

donde b_j son las fuerzas de volumen y f_e y f_m representan la densidad de carga eléctrica y magnética, respectivamente.

3. FORMULACIÓN DEL MEC

La formulación mixta del MEC para problemas de mecánica de la fractura se puede escribir haciendo uso de la notación generalizada en términos de las siguientes ecuaciones integrales de contorno (EIC) en desplazamientos y tracciones [4]

$$c_{IJ} u_J + \int_{\Gamma} p_{IJ}^* u_J d\Gamma = \int_{\Gamma} u_{IJ}^* p_J d\Gamma \quad (5)$$

$$c_{IJ} p_J + N_r \int_{\Gamma} s_{rIJ}^* u_J d\Gamma = N_r \int_{\Gamma} d_{rIJ}^* p_J d\Gamma$$

donde c_{IJ} representa los denominados términos libres, que dependen de la geometría del contorno, p_J denota el vector de tracciones en el contorno generalizado, N_r es la normal exterior al contorno en el punto donde se plantean las EIC (5), u_{IJ}^* representan los desplazamientos de la solución fundamental o funciones de Green, p_{IJ}^* son las tracciones de la solución fundamental y s_{rIJ}^* y d_{rIJ}^* se definen posteriormente en la ecuación (18).

La solución fundamental 2-D armónica, definida como la respuesta de un plano infinito magnetoelastoelectroelástico provocada por la aplicación de una carga puntual dinámica armónica (entendida en sentido generalizado), ha sido recientemente obtenida por Rojas-Díaz et al. [3] mediante la utilización de la transformada de Radon. Esta solución se puede descomponer [3] en la suma de términos singulares, que coinciden con la solución fundamental estática, más términos regulares que sí dependen de la frecuencia de excitación. Este hecho permite regularizar los integrandos singulares e hipersingulares que aparecen en las EIC (5) mediante el mismo procedimiento desarrollado por los autores para aplicaciones estáticas.

Por otro lado, dadas las similitudes formales existentes entre la solución fundamental magnetoelastoelectroelástica y la previamente presentada por Wang y Zhang [7] para el caso piezoelectrico, aspectos como la estrategia de mallado o la obtención de los parámetros de fractura siguen las mismas ideas expuestas en Sáez et al. [4] para el caso piezoelectrico. En particular, las grietas se mallan con elementos cuadráticos discontinuos, mientras que el comportamiento del tipo $r^{1/2}$ que los desplazamientos generalizados muestran en el entorno del vértice de la grieta se modela mediante el empleo de elementos a un cuarto discontinuos. De manera análoga a [4], los factores de intensidad generalizados (FIT: K_I y K_{II} ; FIDE: K_D ; y FIIM: K_B) se obtienen directamente a partir de los valores nodales de los desplazamientos de apertura de grieta (DAG) generalizados (Δu_1 , Δu_2 , $\Delta \phi$ y $\Delta \varphi$) mediante la siguiente expresión

$$\mathbf{K} = \begin{pmatrix} K_{II} \\ K_I \\ K_D \\ K_B \end{pmatrix} = \sqrt{\frac{\pi}{8r}} \mathbf{H}^{-1} \begin{pmatrix} \Delta u_1 \\ \Delta u_2 \\ \Delta \phi \\ \Delta \varphi \end{pmatrix} \quad (6)$$

donde r es la distancia entre el nodo de colocación en el que se evalúan los DAG y el vértice de la grieta y \mathbf{H} depende de las constantes del material [6].

4. SOLUCIÓN FUNDAMENTAL ARMÓNICA

Los desplazamientos de la solución fundamental armónica 2-D presentados en [3] se pueden expresar como

$$u_{KM}^*(\mathbf{x}, \omega) = u_{KM}^{*S}(\mathbf{x}) + u_{KM}^{*R}(\mathbf{x}, \omega) \quad (7)$$

siendo

$$u_{KM}^{*S}(\mathbf{x}) = -\frac{1}{4\pi^2} \int_{|\boldsymbol{\eta}|=1} \frac{\mathcal{E}_{KM}^q}{\rho c_q^2 E_{pp}^q} \log|\boldsymbol{\eta} \cdot \mathbf{x}| dL(\boldsymbol{\eta}) - \frac{1}{4\pi^2} \int_{|\boldsymbol{\eta}|=1} \Lambda_{KM} \log|\boldsymbol{\eta} \cdot \mathbf{x}| dL(\boldsymbol{\eta}) \quad (8)$$

$$u_{KM}^{*R}(\mathbf{x}, \omega) = \frac{1}{16\pi^2} \int_{|\boldsymbol{\eta}|=1} \frac{\mathcal{E}_{KM}^q}{\rho c_q^2 E_{yy}^q} \Phi^R(k_q, |\boldsymbol{\eta} \cdot \mathbf{x}|) dL(\boldsymbol{\eta}) \quad (9)$$

donde las integrales de línea se definen sobre una circunferencia de radio unidad y

$$E_{km}^q = \text{adj}\{Z_{km} - \rho c_q^2 \delta_{km}\} \quad (10)$$

En (10) c_q representa las velocidades de fase y

$$Z_{km} = \Gamma_{km} + \alpha_m^4 \Gamma_{k4} + \alpha_m^5 \Gamma_{k5}$$

siendo

$$\alpha_m^4 = \frac{\Gamma_{4k} \Gamma_{55} - \Gamma_{45} \Gamma_{5k}}{\Gamma_{45} \Gamma_{54} - \Gamma_{44} \Gamma_{55}} ; \quad \alpha_m^5 = \frac{\Gamma_{44} \Gamma_{5k} - \Gamma_{4k} \Gamma_{54}}{\Gamma_{45} \Gamma_{54} - \Gamma_{44} \Gamma_{55}} \quad (11)$$

y

$$\Gamma_{KM} = C_{iKM} \eta_i \eta_l \quad (12)$$

$$\varepsilon_{KM}^q = \begin{cases} E_{km}^q & K, M = 1, 2, 3 \\ \alpha_l^K E_{lm}^q & K = 4, 5 ; M = 1, 2, 3 \\ \alpha_l^K \alpha_j^M E_{lj}^q & K, M = 4, 5 \end{cases} \quad (13)$$

$$\Lambda_{KM}(\mathbf{x}) = \frac{1}{\Gamma_{45} \Gamma_{54} - \Gamma_{44} \Gamma_{55}} \left\{ \Gamma_{KM} (\delta_{4K} \delta_{5M} + \delta_{5K} \delta_{4M}) - \frac{\Gamma_{44} \Gamma_{55}}{\Gamma_{KM}} (\delta_{4K} \delta_{4M} + \delta_{5K} \delta_{5M}) \right\} \quad (14)$$

$$\Phi^R(k_q, |\boldsymbol{\eta} \cdot \mathbf{x}|) = \Phi(k_q | \boldsymbol{\eta} \cdot \mathbf{x}|) + 2 \log(|\boldsymbol{\eta} \cdot \mathbf{x}|) \quad (15)$$

$$\Phi(\zeta) = i\pi e^{i\zeta} - 2[\cos(\zeta)ci(\zeta) + \sin(\zeta)si(\zeta)] \quad (16)$$

$$ci(\zeta) = -\int_{\zeta}^{\infty} \frac{\cos z}{z} dz ; \quad si(\zeta) = -\int_{\zeta}^{\infty} \frac{\sin z}{z} dz \quad (17)$$

Las tracciones de la solución fundamental p_{MJ}^* se obtienen por derivación de los desplazamientos y sustitución en las ecuaciones de comportamiento. De manera análoga

$$d_{rIJ}^* = C_{rIM} u_{MJ,l}^* ; \quad s_{rIJ}^* = C_{rIM} p_{MJ,l}^* \quad (18)$$

5. APLICACIONES NUMÉRICAS

La formulación presentada se ha validado mediante la obtención de resultados para un material magnetoelastoelectroelástico degenerado de comportamiento cuasipiezoelectrico, obteniéndose en todos los casos un excelente acuerdo con soluciones previas disponibles para materiales piezoelectricos [4].

A continuación se presentan los resultados obtenidos para el problema de difracción de ondas longitudinales por una grieta con forma de arco circular (figura 1) inmersa en un medio infinito de material compuesto $BaTiO_3-CoFe_2O_4$ con fracción de volumen $V_f=0.5$, cuyas propiedades se resumen en la tabla 1. Las direcciones de polarización eléctrica y magnética coinciden con el eje y . Se han supuesto condiciones de contorno de grieta impermeable desde los puntos de vista eléctrico y magnético. La grieta se ha mallado con 8 elementos discontinuos curvos de tipo cuadrático y 2 elementos a un cuarto rectos de reducidas dimensiones (1/30 de la longitud de la grieta) en los vértices de la grieta.

Tabla 1. Propiedades del material compuesto $\text{BaTiO}_3\text{-CoFe}_2\text{O}_4$ con fracción de volumen $V_f=0.5$.

C_{11} (GPa)	C_{12} (GPa)	C_{13} (GPa)	C_{33} (GPa)	C_{44} (GPa)
226	125	124	216	44
e_{31} (C/m ²)	e_{33} (C/m ²)	e_{15} (C/m ²)		
-2.2	9.3	5.8		
h_{31} (N/Am)	h_{33} (N/Am)	h_{15} (N/Am)		
290.2	350	275		
κ_{11} ($\times 10^{-10}$ C ² /Nm ²)	κ_{33} ($\times 10^{-10}$ C ² /Nm ²)			
56.4	63.5			
β_{11} ($\times 10^{-12}$ Ns/VC)	β_{33} ($\times 10^{-12}$ Ns/VC)			
5.367	2737.5			
γ_{11} ($\times 10^{-6}$ Ns ² /C ²)	γ_{33} ($\times 10^{-6}$ Ns ² /C ²)			
297	83.5			

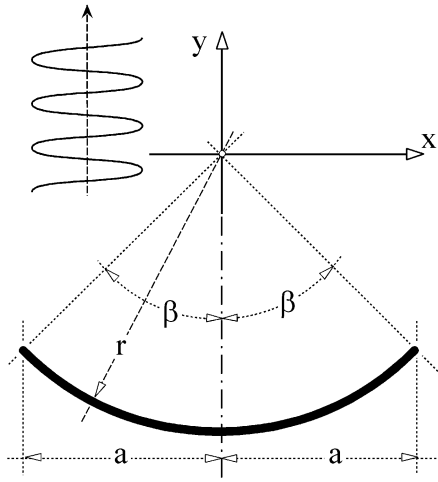


Figura 1. Difracción de ondas por grieta circular. Geometría del problema.

La onda P incidente viaja en dirección y y viene caracterizada por los siguientes desplazamientos generalizados

$$\begin{pmatrix} u \\ v \\ \phi \\ \varphi \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} 0 \\ v_0 \\ \phi_0 \\ \varphi_0 \end{pmatrix} \exp \left[i\omega \left(\frac{y}{c_p} + t \right) \right] \quad (19)$$

donde

$$c_p = \sqrt{\frac{1}{\rho} \left(C_{22} + \frac{e_{22}^2}{\kappa_{22}} + \frac{h_{22}^2}{\alpha_{22}} \right)} \quad (20)$$

En las figuras 2, 3, 4 y 5 se muestra el comportamiento de los FIT en modos I y II, el FIDE y el FIIM, respectivamente, para diversos semiángulos β frente a la frecuencia adimensional $\omega a / c_s$, siendo $c_s = \sqrt{C_{66} / \rho}$.

En las figuras se han introducido los siguientes parámetros

$$\sigma_0 = (C_{22} + e_{22}\beta_1 + h_{22}\beta_2) \frac{i\omega}{c_p} v_0 \quad ; \quad \nu = \frac{\kappa_{22}}{e_{22}} \quad ; \quad \mu = \frac{\gamma_{22}}{h_{22}}$$

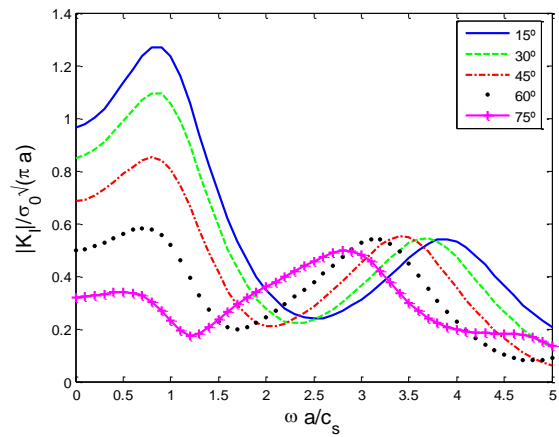


Figura 2. FIT en modo I normalizado vs frecuencia.

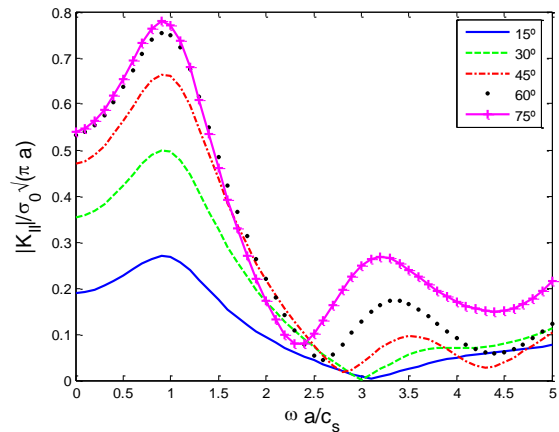


Figura 3. FIT en modo II normalizado vs frecuencia.

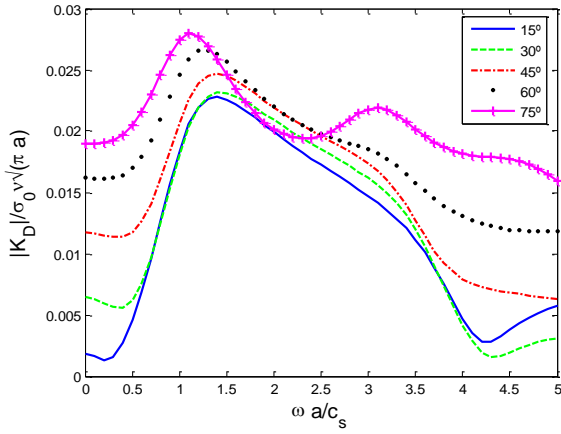


Figura 4. FIDE normalizado vs frecuencia.

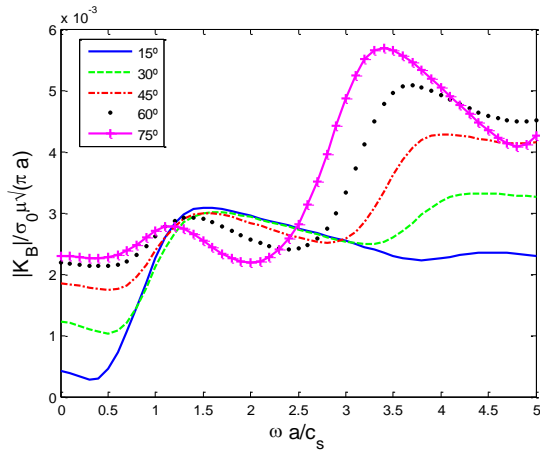


Figura 5. FIIM normalizado vs frecuencia.

En la figura 6 se muestra el campo total adimensional (suma del incidente más el difractado) de desplazamientos elásticos en dirección y para una frecuencia $\omega a/c_s = 0.25$ (v/v_0). Para esta misma frecuencia se recoge en la figura 7 la evolución espacial del potencial magnético (φ/φ_0).

Finalmente, en las figuras 8 y 9 se recogen, respectivamente, la evolución espacial de los campos de desplazamientos elásticos en dirección y (v/v_0) y del potencial magnético (φ/φ_0) para una frecuencia del movimiento incidente $\omega a/c_s = 1$.

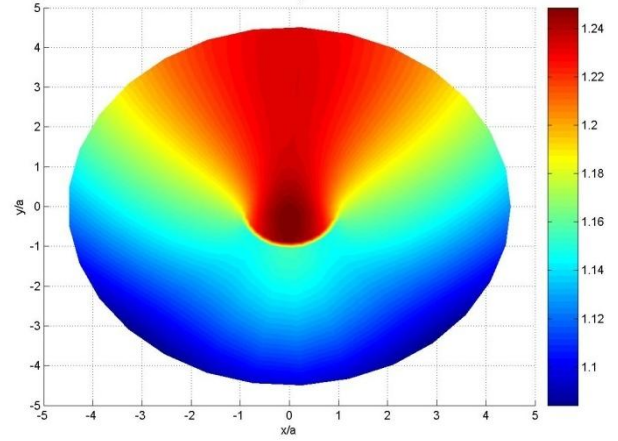


Figura 6. Difracción de ondas por grieta circular. Campo de desplazamientos elásticos v/v_0 para $\omega a/c_s = 0.25$.

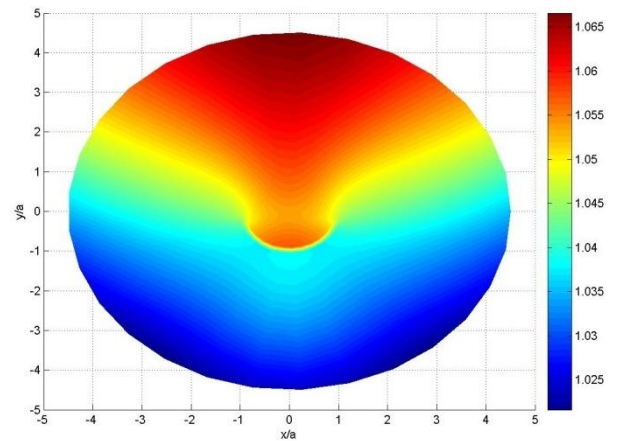


Figura 7. Difracción de ondas por grieta circular. Potencial magnético φ/φ_0 para $\omega a/c_s = 0.25$.

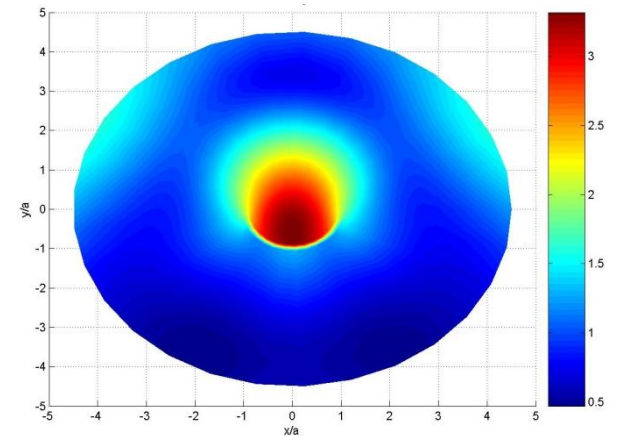


Figura 8. Difracción de ondas por grieta circular. Campo de desplazamientos elásticos v/v_0 para $\omega a/c_s = 1$.

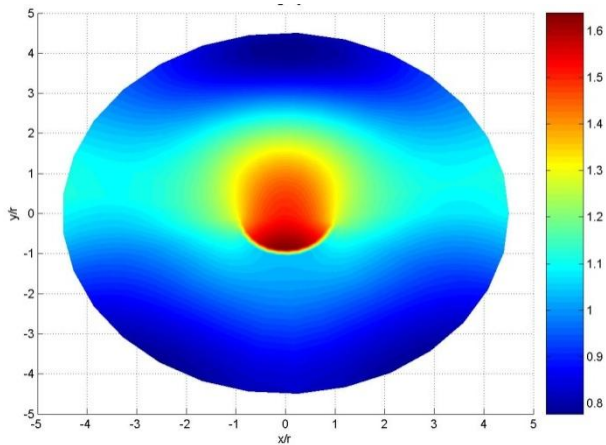


Figura 9. Difracción de ondas por grieta circular.
Potencial magnético φ/φ_0 para $\omega a/c_s = 1$.

6. CONCLUSIONES

En este trabajo se ha presentado e implementado un modelo numérico 2-D basado en la formulación hipersingular del método de los elementos de contorno para el estudio de problemas de fractura en materiales magnetoelectroelásticos solicitados por cargas dinámicas de tipo armónico. El potencial del modelo propuesto se ha ilustrado mediante su aplicación a problemas de difracción de ondas por grietas de geometría curva.

AGRADECIMIENTOS

Los autores desean agradecer la financiación recibida de la Junta de Andalucía a través del Proyecto de Investigación de Excelencia P06-TEP-02355.

REFERENCIAS

- [1] Van Suchtelen J. Product properties: a new application of composite materials, Phillips Research Reports 1972; 27: 28-37.
- [2] Nan CW. Magnetolectric effect in composite of piezoelectric and piezomagnetic phases, Phys. Rev. B, 1994; 50: 6082-6088.
- [3] Rojas-Díaz R, Sáez A, García-Sánchez F, Zhang Ch. Time-harmonic Green's functions for anisotropic Magnetoelastoelectricity, International Journal of Solids and Structures, 2008; 45: 144-158.
- [4] Sáez A, García-Sánchez F, Domínguez J. Hyper-singular BEM for Dynamic Fracture in Piezoelectric Solids, Computer Methods in Applied Mechanics and Engineering, 2006; 196: 235-246.

- [5] Soh, A.K., Liu, J.X., 2005. On the constitutive equations of magnetoelectroelastic solids, J. Intell. Mater. Syst. Struct., 2005; 16: 597-602.
- [6] F. García-Sánchez, R. Rojas-Díaz, A. Sáez and Ch. Zhang, Fracture of magnetoelectroelastic composite materials using boundary element method (BEM), Theoretical and Applied Fracture Mechanics, 2007; 47: 192-204.
- [7] C.-Y. Wang and Ch. Zhang, 3-D and 2-D dynamic Green's functions and time-domain BIEs for piezoelectric solids, Engng. Anal. Bound. Elem., 2005; 29: 454-465.

FORMULACIÓN DEL MÉTODO DE LOS ELEMENTOS DE CONTORNO PARA PROBLEMAS DINÁMICOS TRANSITORIOS DE FRACTURA EN SÓLIDOS MAGNETOELECTROELÁSTICOS

F. García Sánchez¹, R. Rojas Díaz^{2a}, A. Sáez Pérez^{2b}

¹ Departamento de Ingeniería Civil, de Materiales y Fabricación, Universidad de Málaga,
Campus de El Ejido S/N, 29013 Málaga. España
E-mail: fgsanchez@uma.es

² Departamento de Mecánica de los Medios Continuos. Escuela Superior de Ingenieros. Universidad de Sevilla.
Camino de los descubrimientos S/N, 41092-Sevilla
^aE-mail: rojasdiaz@us.es ; ^bE-mail: andres@us.es

RESUMEN

Se presenta la formulación hipersingular del método de los elementos de contorno para el análisis de transitorios en dominios magnetoelastoplásticos bidimensionales fisurados. La integración geométrica se realiza mediante una técnica de colocación basada en elementos cuadráticos, la integración en el tiempo se hace mediante la cuadratura de Lubich para el producto de convolución. Esta cuadratura conlleva el uso de la solución fundamental en el dominio de Laplace en lugar del uso de la solución fundamental en el tiempo que utiliza el esquema clásico de integración paso a paso, sin embargo, no precisa de una transformación inversa de Laplace numérica para la obtención de los resultados en el tiempo. Este aspecto, como muestran los resultados de éste y de trabajos precedentes de los mismos autores utilizando leyes de comportamiento diferentes, aporta estabilidad y robustez a la formulación. La herramienta numérica se muestra de suma utilidad en el análisis del efecto, atenuador o potenciador, que los campos eléctrico y/o magnético pueden tener sobre los parámetros de fractura durante el transitorio de cargas dinámicas.

ABSTRACT

The hypersingular approach of the boundary elements method is presented in its application to the analysis of transitory response of bidimensional cracked magnetoelastoplastic (MEE) solids. A collocation method using quadratic elements is implemented for spatial integration while the temporal integration is computed via Lubich quadrature for the convolution integral. The use of this quadrature allows us to use the Laplace-domain fundamental solution instead of the time-domain one. An important feature of this quadrature is that, although Laplace-domain fundamental solution is used, not numerical inverse Laplace transformation is needed to obtain time results. This aspect confers a special stability to the method and an interesting independency between spatial and temporal discretizations unlike the classical step by step integrations schemes. The results obtained for this materials together with previous experiences of the same authors over other behaviour laws show that the approach is stable and robust and, because of this, really adequate to study how in MEE materials the magnetic and/or electric field can influence over fracture parameters during transitory responses of dynamic loads.

PALABRAS CLAVE: Magnetoelastoplasticidad, transitorio, fractura.

1. INTRODUCCIÓN

Los materiales magnetoelastoplásticos (MEE) utilizados en ingeniería formando parte de sensores/actuadores, entre otras aplicaciones, son, en su mayoría, materiales compuestos de una fase piezoelástica y una piezomagnética (magnetoelástica) de modo que el compuesto exhibe acoplamiento entre los campos eléctrico y magnético.

Este tipo de materiales contienen, necesariamente, grietas como consecuencia de los procesos de fabricación de las fases separadamente. A ello se une la elevada fragilidad de cada una de las fases así como el hecho que sus propiedades mecánicas son sensiblemente dife-

rentes lo que favorece el desarrollo de grietas durante la vida útil del compuesto.

Todos estos son argumentos que justifican el número creciente de estudios que tratan de caracterizar el comportamiento de este tipo de materiales fisurados.

2. FORMULACIÓN DEL PROBLEMA. ECUACIONES INTEGRALES DE CONTORNO

Utilizaremos, para escribir las ecuaciones que gobiernan el problema, la notación extendida. Esta notación considera en los mismos vectores variables que, en cada uno de los campos, estudiados por separado, juegan el mismo papel.

Así, en notación de índices, y usando índices en mayúsculas para las variables extendidas, la ley de comportamiento puede ser expresada como:

$$\sigma_{ij} = C_{ijkl} u_{K,l} \quad (1)$$

siendo

$$\sigma_{ij} = \begin{cases} \sigma_{ij} & \text{si } J = 1, 2 \\ D_i & \text{si } J = 3 \\ B_i & \text{si } J = 4 \end{cases} ; u_K = \begin{cases} u_K & K = 1, 2 \\ \varphi & K = 4 \\ \phi & K = 5 \end{cases} \quad (2)$$

donde σ_{ij} y u_K son el tensor de tensiones y los desplazamientos mecánicos, respectivamente; D_i y φ los desplazamientos y el potencial eléctrico; y B_i y ϕ la inducción y el potencial magnético.

De este modo, la matriz de comportamiento extendida, C_{ijkl} , queda definida como

$$C_{ijkl} = \begin{cases} C_{ijkl} & J, K = 1, 2 \\ e_{ij} & J = 1, 2; K = 4 \\ h_{ij} & J = 1, 2; K = 5 \\ e_{il} & J = 4; K = 1, 2 \\ -\kappa_{il} & J, K = 4 \\ -\beta_{il} & J = 4; K = 5 \\ h_{il} & J = 5; K = 1, 2 \\ -\beta_{il} & J = 5; K = 4 \\ -\gamma_{il} & J, K = 5 \end{cases} \quad (3)$$

donde C_{ijkl} , κ_{il} y γ_{il} denotan, respectivamente, el tensor elástico de rigidez, la permitividad dieléctrica y la permeabilidad magnética y e_{ij} , h_{ij} , β_{il} son los coeficientes piezoeléctricos, piezomagnéticos y electromagnéticos. Éstos últimos, propios del compuesto, no existen en cada una de las fases por separado.

Siguiendo esta notación, las ecuaciones de gobierno del problema dinámico en un sólido homogéneo MEE, en ausencia de fuerzas de volumen, pueden ser escritas como

$$\sigma_{ij,i} = C_{ijkl} u_{K,li} = \rho \bar{\delta}_{MJ} \ddot{u}_J \quad (4)$$

siendo ρ la densidad del material, y $\bar{\delta}_{MJ}$ la delta de Kronecker generalizada:

$$\bar{\delta}_{MJ} = \begin{cases} \delta_{mj} & m, j = 1, 2 \\ 0 & \text{en otro caso} \end{cases} \quad (5)$$

Denotando por Γ_E los contornos exteriores (no grietas) del dominio sometido a estudio, y por Γ_c^+ y Γ_c^- a las superficies superior e inferior, respectivamente, de la grieta ($\Gamma_c = \Gamma_c^+ + \Gamma_c^-$); el análisis de transitorios de problemas en presencia de grietas consistirá en la resolución de la ecuación de gobierno (4) sujeta a:

- condiciones iniciales de reposo

$$u_j(\mathbf{x}, t) = \dot{u}_j(\mathbf{x}, t) = 0 \text{ para } t = 0 \quad (6)$$

- condiciones de contorno

$$u_j(\mathbf{x}, t) = u_J(\mathbf{x}, t), \mathbf{x} \in \Gamma_u \quad (7)$$

$$p_j(\mathbf{x}, t) = \sigma_{ij}(\mathbf{x}, t) n_i(\mathbf{x}) = \bar{p}_j(\mathbf{x}, t), \mathbf{x} \in \Gamma_t \quad (8)$$

siendo $\Gamma_u + \Gamma_p = \Gamma_E$

$$p_i(\mathbf{x}, t) = \sigma_{ij}(\mathbf{x}, t) n_j(\mathbf{x}) = 0, \mathbf{x} \in \Gamma_c \quad (9)$$

En las expresiones anteriores, y en adelante, \mathbf{x} indica un punto genérico del dominio y n_i es la normal exterior al contorno.

Con ese objetivo, utilizando el método de colocación para la discretización espacial de las variables, se aplicarán las ecuaciones integrales de contorno en desplazamiento (EICD) cuando el punto de colocación esté sobre Γ_E :

$$c_{ij} u_j + \oint_{\Gamma_E} p_{ij}^* * u_j d\Gamma + \int_{\Gamma_c^+} p_{ij}^* * \Delta u_j d\Gamma = \int_{\Gamma_E} u_{ij}^* * p_j d\Gamma \quad (9)$$

y las de tracción (EICT), obtenidas a partir de las anteriores y las ecuaciones de comportamiento, cuando el punto de colocación esté sobre una de las caras de la grieta, e.g. Γ_c^+ :

$$p_j + \int_{\Gamma_E} s_{ij}^* * u_j d\Gamma + \oint_{\Gamma_c^+} s_{ij}^* * \Delta u_j d\Gamma = \int_{\Gamma_E} d_{ij}^* * p_j d\Gamma \quad (10)$$

En la ecuaciones (9) y (10)

- el asterisco indica producto de convolución, que se define como

$$f(t) = g(t) * h(t) = \int_0^t g(t - \tau) h(\tau) d\tau \quad (11)$$

- u_{ij}^* , p_{ij}^* indican, respectivamente, los desplazamientos y tracciones, en sentido extendido, de la solución fundamental,
- d_{ij}^* , s_{ij}^* son proporcionales a las derivadas de las anteriores,
- se han utilizado como incógnitas las aberturas de grieta en sentido extendido, i.e. el incremento de desplazamientos y de potenciales eléctrico y magnético entre las caras de la grieta. De este modo disminuye el número de incógnitas del problema y se obtienen directamente las incógnitas implicadas en el cálculo de los parámetros de fractura y
- los símbolos \oint y \oint indican integrales en los sentidos del valor principal de Cauchy y de parte finita de Hadamard respectivamente.

3. RESOLUCIÓN NUMÉRICA

3.1. Integración espacial y temporal

La discretización espacial de las variables se realiza

mediante elementos cuadráticos, estándar sobre Γ_E , discontinuos sobre Γ_c^+ y, si fuera el caso, para la resolución de grietas de borde se utilizarían elementos semidiscontinuos en Γ_E para discretizar la intersección con la grieta. Ver [1] ó [2] para más detalles.

Para la integración en el tiempo se han seguido los trabajos de Lubich [4],[5]. En ellos se establece que, dividido el intervalo temporal de integración en N intervalos iguales Δt , el producto de convolución de dos funciones en un instante $n \Delta t$ puede aproximarse por una cuadratura en la forma

$$f(n \Delta t) = \int_0^{n \Delta t} g(t - \tau) h(\tau) d\tau \approx \sum_{j=0}^n \omega_{n-j}(\Delta t) h(j \Delta t), \quad (12)$$

dónde los pesos $\omega_{n-j}(\Delta t)$ se relacionan con la transformada de Laplace, de la función $g(t)$ en la ec. (12), en la forma

$$\omega_n(\Delta t) = \frac{r^{-n}}{N} \sum_{m=0}^{N-1} \bar{g} \left(\frac{\delta(\zeta_m)}{\Delta t} \right) e^{-2\pi i n m / N}. \quad (13)$$

En la ec. (13), $\bar{g}(\square)$ es la transformada de Laplace de

$$g(t); \quad \delta(\zeta_m) = \sum_{j=1}^2 (1 - \zeta_m)^j / 2, \quad \zeta_m = r e^{2\pi i m / N}, \quad y$$

$r = \varepsilon^{1/2N}$, siendo ε el error numérico en el cálculo de la transformada de Laplace.

3.2. Solución fundamental

Siguiendo el procedimiento establecido por Wang y Achenbach [8] para comportamiento anisótropo, la solución fundamental (SF) se obtiene, vía transformada de Radon, en forma de integral de línea a lo largo de una circunferencia de radio unidad alrededor del punto de colocación. La expresión de los desplazamientos para esa SF es:

$$u_{ij}^*(\xi, \mathbf{x}, s) = \frac{1}{8\pi^2} \int_{|\eta|=1} \frac{\varepsilon_{ij}^m}{\rho c_m^2 E_{pp}^m} \Psi(s | \eta(\mathbf{x} - \xi) | / c_m) d\eta \quad (14)$$

donde

- s es el parámetro de Laplace,
- ε_{ij}^m y E_{ij}^m son tensores relacionados con la matriz de comportamiento como se indica en [6].
- La función de variable compleja Ψ se define como $\Psi(z) = -[e^{-z} \text{Ei}(z) + e^z \text{Ei}(-z)]$, siendo Ei la función integral exponencial.

La función Ψ posee una singularidad débil de tipo logarítmico lo que implica que las primeras derivadas de los desplazamientos presentes en los términos p_{ij}^* y d_{ij}^* tengan un comportamiento singular fuerte (tipo $1/r$) mientras los términos s_{ij}^* tienen un comportamiento hipersingular (tipo $1/r^2$).

Para la integración numérica de las ecs. (9) y (10) se sigue un procedimiento paralelo al que se describe en [2]: la función Ψ es descompuesta en una parte regular, dependiente de s , y otra parte singular que no depende de éste parámetro. A su vez la parte hipersingular es sometida a un proceso de regularización basado en un cambio de variable, [1], que desplaza las singularidades e hipersingularidades hacia integrales de solución analítica conocida, quedando para resolución numérica únicamente integrales regulares, con el consiguiente aumento de precisión del método.

Una vez realizadas las integraciones espacial y temporal se llega al siguiente esquema temporal:

$$\sum_{j=0}^n H_{KL}^{n-j} \cdot u_L^j = \sum_{j=0}^n G_{KL}^{n-j} \cdot p_L^j, \quad (15)$$

donde los vectores \mathbf{u}^j y \mathbf{p}^j contienen, para el instante j -ésimo, los valores conocidos e incógnitas de los desplazamientos y tracciones en sentido extendido, así como las aberturas en la grieta. Reordenando el sistema en (15), podemos escribir

$$\sum_{j=0}^n A_{KL}^{n-j} \cdot x_L^j = y_K^j, \quad (16)$$

que, tras imponer las condiciones iniciales (6), nos lleva al siguiente esquema temporal explícito:

$$x_K^n = (A_{KL}^0)^{-1} \cdot \left(y_L^n - \sum_{j=1}^{n-1} A_{KL}^{n-j} \cdot x_L^j \right), \quad (17)$$

para obtener las variables en el instante n -ésimo a partir de los $n-1$ valores anteriores.

3.1. Parámetros dinámicos de fractura

Una vez resuelta (17), las aberturas de grieta, en sentido extendido, son conocidas para cada instante. Esto nos permite calcular los factores de intensificación mediante las expresiones asintóticas de los campos de desplazamiento, potencial eléctrico y potencial magnético alrededor del vértice de grieta [3]:

$$\mathbf{K} = \begin{pmatrix} K_{II} \\ K_I \\ K_D \\ K_B \end{pmatrix} = \sqrt{\frac{\pi}{8\bar{r}}} \mathbf{H}^{-1} \begin{pmatrix} \Delta u_1 \\ \Delta u_2 \\ \Delta \phi \\ \Delta \phi \end{pmatrix}. \quad (18)$$

En la ecuación (18) \bar{r} es la distancia medida desde el vértice de la grieta al punto en el que se evalúan las aberturas extendidas y \mathbf{H} es una matriz relacionada con la matriz de comportamiento [3].

Con el objeto de mejorar la precisión de este cálculo, en el vértice de la grieta se dispone un elemento cuadrático discontinuo recto con el nodo interno a un cuarto de su longitud, medida desde el vértice. Este elemento cuenta con dos ventajas sustanciales [1]:

- La relación entre la coordenada natural y la distancia al vértice de grieta tiene un comportamiento del tipo

\sqrt{r} análogo al de los desplazamientos en esa zona.

- El punto de colocación en el que se computa la ecuación (18) es muy cercano al vértice, lo que permite tomar como exactas las expresiones asintóticas de los desplazamientos con un error mínimo.

La determinación de las energías unitarias liberadas, total y mecánica (para modos de apertura I y II) pueden ser determinadas, a partir de los factores de intensificación en la siguiente forma [7].

$$G^T = \frac{1}{2} \mathbf{K}' \mathbf{H} \mathbf{K} \quad (19)$$

$$G_I^M = \frac{1}{2} K_I H_{2L} K_L \quad (20)$$

$$G_{II}^M = \frac{1}{2} K_{II} H_{1L} K_L \quad (21)$$

4. EJEMPLOS NUMÉRICOS

Se analiza el problema de una grieta recta de longitud $2a$, en dominio infinito, sometida a cargas mecánicas y se compara con los resultados de cargas combinadas mecánica-eléctrica y magnética-mecánica (figura 1).

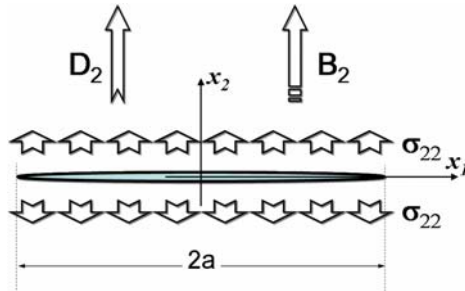


Figura 1. Problema analizado: grieta recta sometida a cargas mecánicas, eléctricas y magnéticas.

En todos los casos las cargas consideradas son de tipo escalón:

$$\sigma_{22}(t) = \sigma_0 H(t) \quad (22)$$

$$D_2(t) = D_0 H(t); B_2(t) = B_0 H(t),$$

donde $H(t)$ es la función de Heaviside y la dirección 2 es la perpendicular a la dirección de la grieta (figura 1).

Se ha utilizado una malla uniforme de 10 elementos y tres pasos de tiempo diferentes: $\frac{1}{10} c_L / a$, $\frac{1}{20} c_L / a$, $\frac{1}{40} c_L / a$ siendo c_L la velocidad de las ondas primarias en la dirección perpendicular a la grieta.

El material considerado ha sido un compuesto $\text{BaTiO}_3\text{-CoFe}_2\text{O}_4$ con una fracción de volumen de 50% lo que le confiere las propiedades recogidas en la tabla 1.

Los resultados presentan, en forma adimensional, parámetros de fractura frente al tiempo. Las adimensionalizaciones utilizadas han sido las siguientes:

- Factores de intensidad (FI) en modo I, de desplazamiento eléctrico y de campo magnético

$$\bar{K}_I = \frac{K_I}{K_{st}}, \bar{K}_D = \frac{e_{22}}{\kappa_{22}} \frac{K_D}{K_{st}}, \bar{K}_B = \frac{h_{22}}{\gamma_{22}} \frac{K_B}{K_{st}}, \quad (23)$$

$$\text{con } K_{st} = \sigma_0 \sqrt{\pi a}$$

- Energía mecánica unitaria liberada, ecuación (20):

$$\bar{G}_I^M = \frac{G_I^M}{\frac{1}{2} \pi a H_{22}} \quad (24)$$

- Tiempo:

$$\bar{t}^* = t c_L / a \quad (25)$$

Para gobernar la relación entre las amplitudes de las cargas eléctrica, mecánica y magnética; se definen sendos parámetros λ , Λ en la forma:

$$\lambda = \frac{e_{22}}{\kappa_{22}} \frac{D_0}{\sigma_0}; \Lambda = \frac{h_{22}}{\gamma_{22}} \frac{B_0}{\sigma_0} \quad (26)$$

Tabla 1. Propiedades de los componentes del composite

Propiedades	BaTiO ₃ - CoFe ₂ O ₄ (V _f =0.5)
C ₁₁ (GPa)	226
C ₁₂ (GPa)	125
C ₂₂ (GPa)	216
C ₆₆ (GPa)	44
e ₁₆ (C/m ²)	5.8
e ₂₁ (C/m ²)	-2.2
e ₂₂ (C/m ²)	9.3
τ ₁₁ (10 ⁻¹⁰ C ² /Nm ²)	56.4
τ ₂₂ (10 ⁻¹⁰ C ² /Nm ²)	63.5
h ₁₆ (N/Am)	275
h ₂₁ (N/Am)	290.2
h ₂₂ (N/Am)	350
γ ₁₁ (10 ⁻⁶ Ns ² /C ²)	297
γ ₂₂ (10 ⁻⁶ Ns ² /C ²)	83.5

La figura 2 (arriba), que recoge los resultados obtenidos para carga eléctrica y mecánica ($\lambda = \pm 1$) frente a los obtenidos para carga mecánica ($\lambda = 0$), muestra como, para las cargas consideradas, la presencia del campo eléctrico puede aumentar el FI de tensiones en torno al 15% o disminuirlo en torno al 10%.

La figura 2 (abajo) muestra que estos efectos para el caso de carga combinada magnética-mecánica son, aunque paralelos, de menor intensidad.

En ambos casos queda patente la estabilidad del resultado frente al paso de tiempo, apreciándose, como es lógico, las mayores discrepancias (insignificantes en cualquier caso) en el entorno del pico de las curvas.

Cuando se representa la energía unitaria liberada para modo I, figura 3, el efecto de los campos eléctrico y magnético es mucho más evidente.

En cualquier caso, también es más evidente que, para el material elegido, el efecto del campo eléctrico tiene mayor influencia (un incremento del orden del 80% en

el máximo y una atenuación del 60% en ese mismo punto) que el del campo magnético, en cuyo caso tanto el incremento como la atenuación pueden ser cuantificados en torno al 30%.

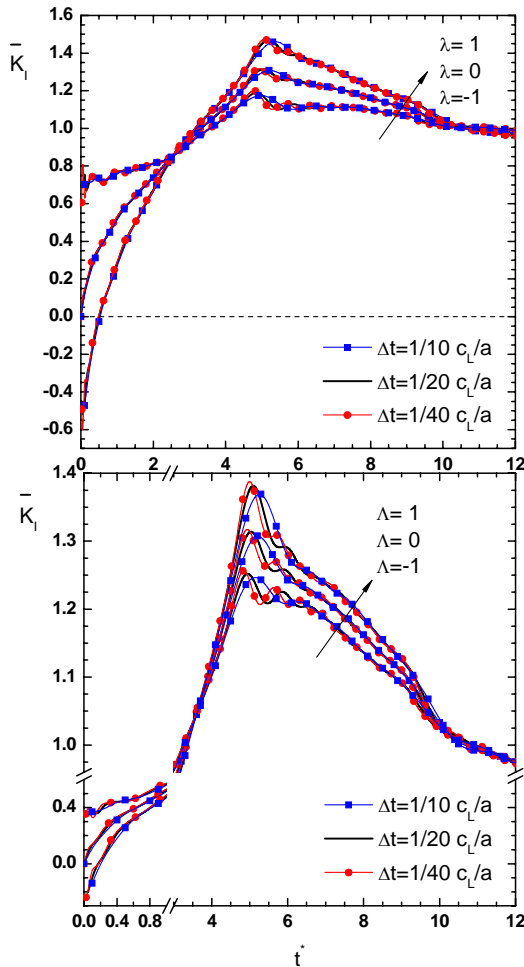


Figura 2. FI modo I. Cargas combinadas.

Las diferencias en el comportamiento entre los FI y la energía unitaria liberada hay que buscarlos en la contribución que a ésta última hacen los FI de los campos eléctrico y magnético según muestra la ecuación (20).

Las figuras 4 y 5 muestran el comportamiento de estos factores de intensificación para los casos considerados. En todas estas figuras puede apreciarse también la estabilidad de la formulación presentada. Esta estabilidad es aún más considerable si se tienen en cuenta los resultados espurios que aparecen en los instantes iniciales.

Estos resultados son una consecuencia del hecho de que las cargas magnéticas y eléctricas se transmiten a todo el dominio de forma instantánea lo que, desde el punto de vista numérico, se traduce en las oscilaciones iniciales que pueden apreciarse en las citadas figuras y que desaparecen muy rápidamente.

5. CONCLUSIONES

Se ha presentado una potente herramienta numérica para el análisis, en el dominio del tiempo, de problemas

de grietas en sólidos bidimensionales MEE. Esta herramienta utiliza la formulación hipersingular del método de los elementos de contornos en combinación con las cuadraturas de Lubich [4],[5] para el producto de convolución.

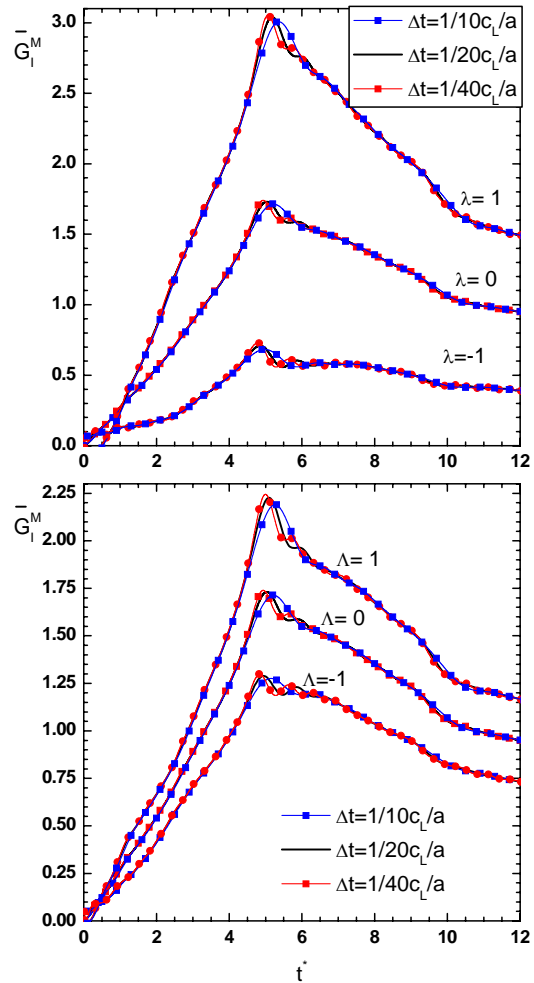


Figura 3. Energía unitaria mecánica liberada, modo I. Carga combinada.

Gracias a estas cuadraturas se utiliza una solución fundamental en el dominio de Laplace en lugar de una en el del tiempo. Si embargo, al esquema temporal se llega a través de una transformada inversa de Fourier (FFT) evitando la transformación inversa numérica de Laplace con el consiguiente incremento de precisión y, como se ha comprobado, de estabilidad frente al paso de tiempo.

Por lo que respecta a la integración espacial de las variables, esta presenta la dificultad numérica propia de la formulación dual: la integración numérica de núcleos hipersingulares.

Esta dificultad ha sido superada mediante un proceso de regularización que permite que las únicas integrales que se resuelven numéricamente sean regulares mientras que las integrales singulares o hipersingulares son calculadas analíticamente.

El cálculo de los parámetros de fractura se realiza a partir de los resultados obtenidos para el salto de des-

plazamientos y potenciales eléctrico y magnético en el punto de colocación más próximo al vértice de la grieta. Para este cálculo se toman los términos dominantes de los respectivos campos como la solución exacta. El error cometido es mínimo porque debido al elemento utilizado en el vértice de la grieta el punto de colocación usado en este cálculo está realmente muy próximo al vértice y por tanto los términos que han quedado fuera de este cálculo son realmente despreciables.

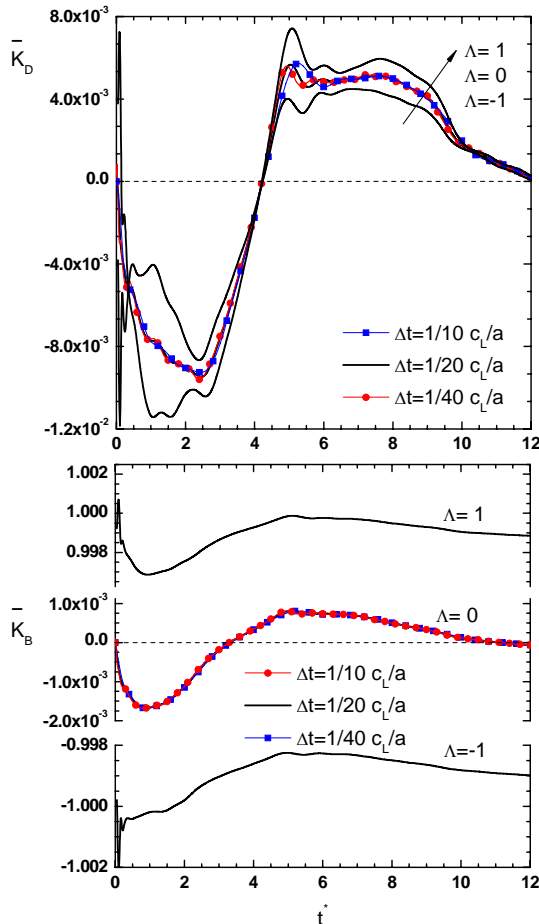


Figura 4. FI campos eléctrico y magnético. Carga combinada eléctrica-mecánica.

Por todo lo anterior la formulación presentada es muy robusta, precisa y presenta una alta estabilidad frente al paso de tiempo independientemente de la malla utilizada.

AGRADECIMIENTOS

Los autores agradecen la financiación recibida del Ministerio de Educación y Ciencia de España a través del proyecto DPI2007-66792-C02-02.

REFERENCIAS

- [1] García F., Sáez A., Domínguez J., *Traction boundary elements for cracks in anisotropic solids*, Engng. Anal. Bound. Elem. 28: 667–676, 2004
- [2] García-Sánchez F., Sáez A., Domínguez J., *Aniso-*

tropic and piezoelectric materials fracture analysis by BEM, Computers & Structures 83: 804–820, 2005

- [3] García-Sánchez , Rojas-Díaz R., Sáez A., Zhang Ch., *Fracture of magnetoelastoelectric composite materials using boundary element method (BEM)*, Theor. Appl. Fract. Mech. 47: 192–204, 2007

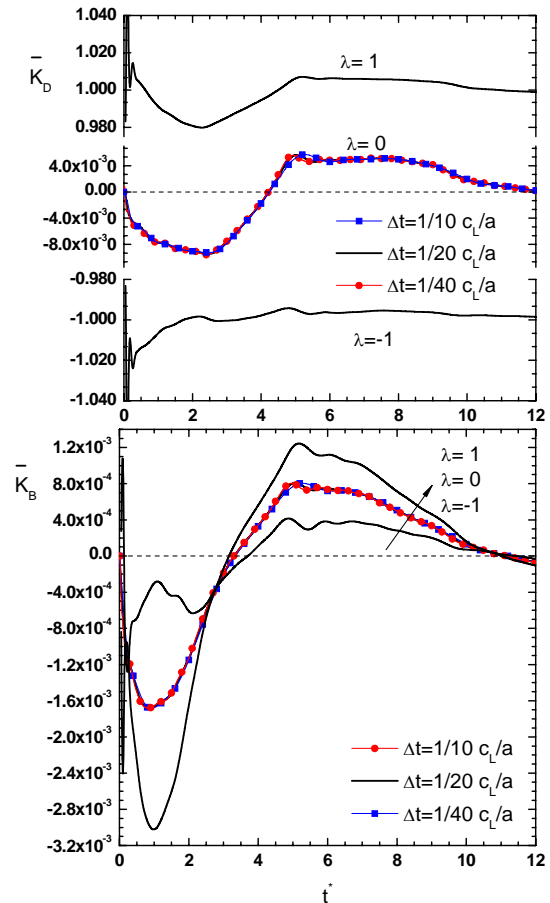


Figura 5. FI campos eléctrico y magnético. Carga combinada eléctrica-mecánica.

- [4] Lubich C., *Convolution quadrature and discretized operational calculus, Part I*. Numer Math 52: 129–145, 1988
- [5] Lubich C. *Convolution quadrature and discretized operational calculus, Part II*. Numer Math 52: 413–425, 1988
- [6] Rojas-Díaz R., Sáez A., García-Sánchez F., Zhang Ch., *Time-harmonic Green's functions for anisotropic magnetoelastoelectricity*, Int. J. Solids Struct. 45: 144–158, 2008
- [7] Tian W.Y., Rajapakse R.K.N.D., *Fracture analysis of magnetoelastoelectric solids by using path independent integrals*, Int. J. Fract. 131: 311–335, 2005
- [8] Wang C.-Y., Achenbach J.D., *Elastodynamic fundamental solutions for anisotropic solids*, Geoph. J. Int. 118 : 384–392, 1994

EFFECTO DE LA CONCENTRACIÓN DE HIDRÓGENO EN LA RED DE HIERRO BCC POR CALCULOS AB-INITIO

J. Sánchez¹, P. de Andrés², J. Fullea¹, C. Andrade¹

¹ Instituto de Ciencias de la Construcción “Eduardo Torroja” (CSIC).
C/ Serrano Galvache, 4
28033 Madrid. España
E-mail: javiersm@ietcc.csic.es

² Instituto de Ciencia de Materiales de Madrid (CSIC).
E-28049 Cantoblanco, Madrid. España.
pedrodeandres@icmm.csic.es

RESUMEN

La fragilización por hidrógeno es una de las causas más frecuentes de fallo en estructuras sometidas a esfuerzos mecánicos. Los aceros de alta resistencia empleados en estas estructuras se componen de una matriz ferrítica, o lo que es lo mismo, de una estructura de hierro cúbica centrada en el cuerpo (BCC).

Utilizando cálculos mecano-cuánticos de primeros principios hemos estudiado la interacción del hidrógeno con la red cúbica centrada en el cuerpo del hierro. El hidrógeno intersticial puede ocupar dos posiciones de alta simetría en la red: el hueco octaédrico y el tetraédrico. Nuestros cálculos nos proporcionan barreras de difusión entre ambos huecos, que analizamos para entender la propagación del hidrógeno a través de la red de hierro. Se ha estudiado el efecto de la concentración de hidrógeno sobre la barrera de difusión, o lo que es lo mismo, sobre el coeficiente de difusión.

A raíz de los cálculos realizados se puede establecer la posición preferente del hidrógeno para alta y baja densidad de hidrógeno y la variación del coeficiente de difusión en función de dicha densidad.

ABSTRACT

Hydrogen embrittlement is believed to be one of the main reasons for cracking of structures under stress. High strength steels in these structures often include a ferritic core made of alpha-iron (body centered cubic lattice).

We compute the interaction of atomic hydrogen with iron using first principles. The interstitial hydrogen can be placed in two high symmetry positions: octahedral and tetrahedral sites. Our calculations provide diffusion barriers between these sites. These barriers have been analyzed to understand the propagation of hydrogen through the iron lattice. We analyze how these barriers can be modified by the hydrogen concentration.

The results show the main site for high and low hydrogen density and they show the diffusion coefficient variation by the hydrogen density.

PALABRAS CLAVE: Fragilización por hidrógeno, ab-initio, aceros de alta resistencia.

1. INTRODUCCIÓN

Los aceros de alta resistencia empleados en estructuras civiles o estructuras singulares se componen de una matriz ferrítica, o lo que es lo mismo de una estructura de hierro cúbica centrada en el cuerpo (BCC). Uno de los más empleados a nivel mundial es el acero trefilado de composición eutectoide. Diversos estudios muestran el crecimiento de fisuras para valores de tensión inferiores a su correspondiente tenacidad de fractura bajo la acción de un medio agresivo. Este fenómeno

conocido como Fisuración Inducida por el Medio es uno de los problemas que afectan a estos aceros.

Existe un convencimiento general de que el hidrógeno juega un papel importante en este proceso, de hecho se puede decir que la fragilización por hidrógeno es una de las causas más frecuentes de fallo en estructuras sometidas a esfuerzos mecánicos [1]. Teniendo en cuenta esta hipótesis se desarrolló un ensayo basado en una disolución de tiocianato amónico para determinar la susceptibilidad de los aceros de alta resistencia a la

Fragilización por Hidrógeno. Este ensayo se denominó FIP-78, propuesto por la Federación Internacional de Pretensado.

Existe evidencia de la variación de parámetros mecánicos [2], pero la fragilización por hidrógeno no está explicada teóricamente. En este sentido, varios modelos tratan de explicar la propagación de la fisura por la presencia en el metal de átomos de hidrógeno. Generalmente se asume que el hidrógeno se genera electroquímicamente en la superficie del material y difunde hasta la zona en proceso de fractura. Para explicar el proceso por el cual el hidrógeno fragiliza el material existen varias teorías:

- Cambio estructural o de fase producido por el hidrógeno [3, 4, 5].
- Plastificación producida por el Hidrógeno o hydrogen-enhanced localized plasticity (HELP) [6, 7].
- Reducción de la energía cohesiva por el efecto del hidrógeno [8, 9, 10].

Para entender mejor estas teorías, hemos realizado cálculos por primeros principios con el objetivo de determinar la posición preferente del hidrógeno intersticial y las tensiones que genera en la red bcc del hierro en función de la densidad de hidrógeno en la red de hierro. Dado que estos cálculos se convierten en muy costosos cuando incluyen muchos átomos en la celda unidad, hemos extendido estos resultados por medio de cálculos de Elementos Finitos. Este tipo de simulación se complementa con el trabajo de otros autores [11] que también han utilizado cálculos “ab-initio” para estudiar el fenómeno en función de la concentración de hidrogeno disuelta en la matriz de hierro. .

2. METODOLOGIA

Los cálculos teóricos se basan en el formalismo del Funcional de la Densidad, la teoría de pseudo-potenciales y el teorema de Bloch [12]. Se han realizado utilizando una base de ondas planas para representar las funciones de onda de Kohn-Sham [13]. En esta aproximación, la precisión de los cálculos viene determinada básicamente por dos parámetros: (i) la máxima energía de corte (“cut-off”) y (ii) el número de puntos usados en espacio recíproco para representar las funciones de onda (“puntos k”). El problema del canje y la correlación electrónica se ha representado a través de un funcional de canje y correlación aproximado calculado con correcciones de gradientes [14], y se han utilizado pseudopotenciales ultra-suaves [15]. Para resolver autoconsistentemente este problema, hemos empleado el código de ordenador CASTEP [16], donde se ha implementado un método iterativo muy eficiente, basado en las ideas de Carr y Parrinello [17].

Los cálculos se han realizado para la localización del hidrógeno en los sitios de alta simetría. En la figura 1 se muestran los sitios de alta simetría para la red de Fe bcc. Con círculos negros se muestra la posición de los Fe. A la izquierda se ha representado un hueco octaédrico y a

la derecha uno tetraédrico. En la red de Fe BCC existen 6 posiciones octaédricas y 24 octaédricas.

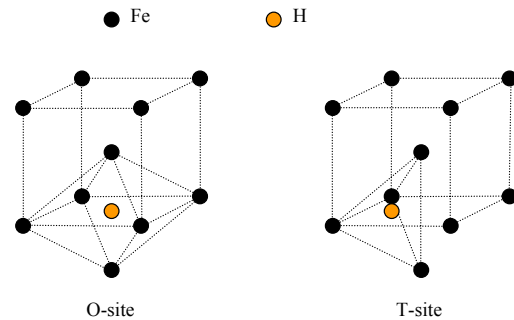


Figura 1. Sitios de alta densidad en la red bcc.

3. CALCULOS PARA ALTA DENSIDAD DE H

Continuando los cálculos presentados en el anterior encuentro del Grupo Español de Fractura [18], se ha completado el mapa de energía para una celda bcc de Fe con un H, donde se alcanza una relación Fe:H de 2:1. En la figura 2 se muestra un mapa de energía al desplazar el H desde un hueco tetraédrico a un hueco octaédrico. Se ha decidido cortar la representación en 0.2 eV para poder observar la barrera de difusión. En el caso de alta densidad de H el hueco octaédrico es el más estable dando lugar a un mínimo absoluto, mientras que el hueco tetraédrico da lugar a un mínimo local.

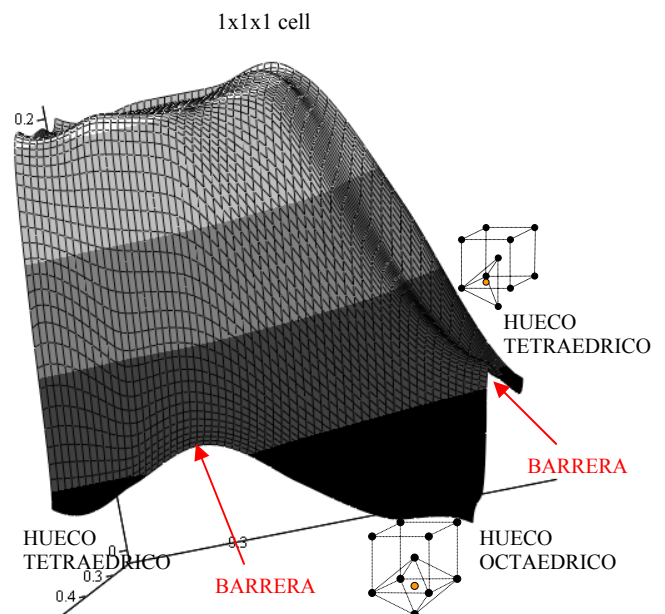


Figura 2. Barrera de difusión para alta densidad de H.

En la figura 3 se ha representado la energía a través de curvas de nivel. Se observa que el camino de difusión transcurre a través de los huecos octaédricos y tetraédricos, y el valor de la barrera de energía entre el hueco octaédrico y el tetraédrico es de aproximadamente 60 meV.

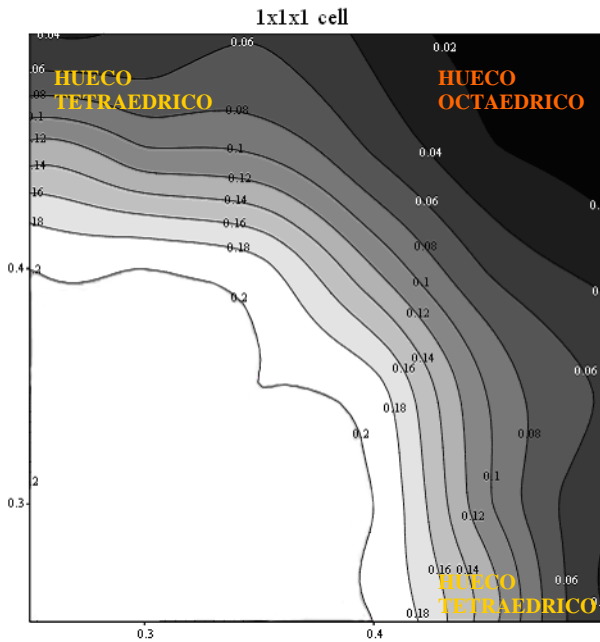


Figura 3. Barrera de difusión para alta densidad de H. Curvas de nivel.

4. CALCULOS PARA BAJA DENSIDAD DE H

En los siguientes ensayos se aumentaron el número de celdas de Fe bcc. De esta forma se pretende estudiar el efecto de la concentración de H.

El primer paso es realizar los cálculos empleando una supercelda 2x2x2 con un H, es decir, para una relación Fe:H de 16:1. Al aumentar la relación Fe:H los cálculos ab-initio, muestran un nuevo mínimo de energía. El hueco más estable en estos cálculos es el tetraédrico (figura 4). En este caso, el hueco octaédrico no da lugar a un mínimo local. Y por otra parte, la barrera de difusión ya no se establece entre el hueco tetraédrico y el octaédrico, sino que el camino de difusión tiene lugar entre dos huecos tetraédricos adyacentes.

En la figura 5 se puede apreciar la representación de la energía a través de curvas de nivel. El camino de difusión se establece claramente entre dos huecos tetraédricos y la barrera de difusión es de aproximadamente 100 meV. Para esta densidad de H el hueco octaédrico ya no es un mínimo, sino que pasa a ser un máximo de energía, lo que supone que esta configuración es muy inestable.

Los valores para la 3x3x3 son muy similares a los obtenidos en la 2x2x2 lo cual indica que los cálculos se encuentran convergidos y son suficientemente representativos.

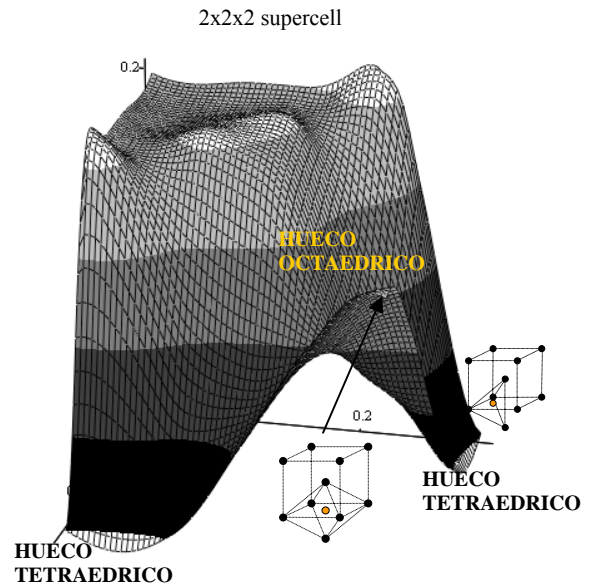


Figura 4. Barrera de difusión para baja densidad de H.

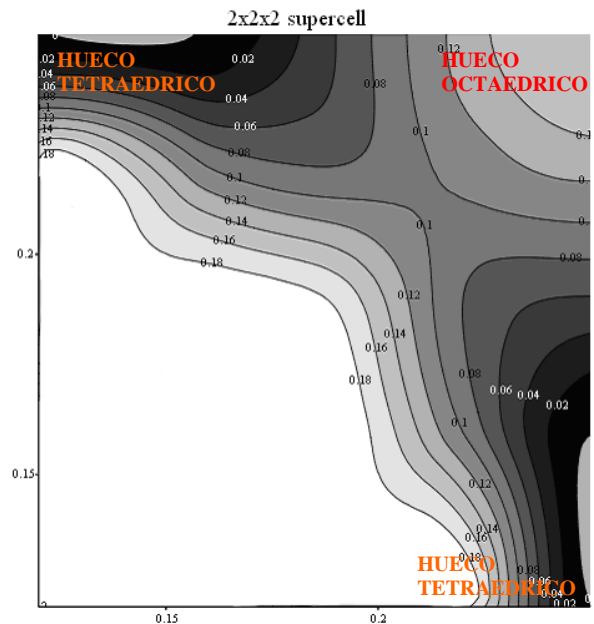


Figura 5. Barrera de difusión para baja densidad de H. Curvas de nivel.

Comparando las figuras 3 y 5, se puede observar como hay un cambio en el camino y en la barrera de difusión. Al aumentar la densidad de H en la red de Fe disminuye el coeficiente de difusión y el hueco octaédrico se vuelve estable.

La alta densidad de H dentro de la red de Fe puede tener lugar en procesos de corrosión donde se genera H en la superficie del metal como producto de la reacción catódica. El valor del coeficiente de difusión del H intersticial es muy alto [19] por lo que es necesario que haya una fuente continua de H para que se puedan alcanzar elevadas concentraciones dentro de la red de Fe.

5. SIMULACIÓN POR ELEMENTOS FINITOS

Obtenidos los parámetros elásticos del hierro alfa a través de los cálculos ab-initio [18,20], es posible estimar la influencia del H sobre las celdas adyacentes suponiendo que estas se comportan de manera elástica. Aplicando el método de los elementos finitos se pueden obtener tanto las tensiones como la energía puesta en juego durante la deformación producida por el H. Se ha tomado como punto de partida las deformaciones producidas por el H en la celda 1x1x1 y se han impuesto estas deformaciones a un volumen de análisis. En este volumen es posible determinar las tensiones a lo largo de diferentes direcciones y la energía elástica en los volúmenes de análisis que se corresponden con una super-celda 2x2x2, 3x3x3, 4x4x4 y 5x5x5.

Las deformaciones producidas por el H cuando ocupa un hueco octaédrico (figura 6) implican unas deformaciones y una energía mayor que cuando el H está situado en el hueco tetraédrico (figura 7). Cuando el H se encuentra ocupando un hueco octaédrico se produce una gran deformación en una dirección mientras que en las otras dos direcciones se produce una contracción de la celda. Sin embargo, cuando el H se encuentra en un hueco tetraédrico se produce una expansión casi isotropa de la celda. Las tensiones inducidas en las celdas adyacentes por el H cuando este se encuentra en un hueco octaédrico (figura 8) son mayores que en el caso de que este se encuentre en un hueco tetraédrico (figura 9). Por otra parte, se observa que éstas se estabilizan a una distancia equivalente a una celda 3x3x3. Esto está de acuerdo con los resultados obtenidos en este trabajo y con los publicados por Carter y col [21].

Desde el punto de vista energético, el hueco tetraédrico produce un menor aumento de la energía interna en las celdas adyacentes. Es decir, si se hace un balance energético, a la energía obtenida en la 1x1x1 hay que añadirle la variación de la energía interna de las celdas adyacentes. Este resultado es equivalente al obtenido al simular por primeros principios una super-celda del mismo tamaño. La energía interna ha sido evaluada a través de la energía elástica puesta en juego por la deformación producida por el H. Los cálculos se han realizado con un programa de elementos finitos, empleándose elementos tetragonales y refinando la malla en el entorno de la celda que contiene el H. En la figura 10 se muestra un esquema en 2D. La energía puesta en juego en las celdas adyacentes a la celda que contiene el H queda recogido en la supercelda 2x2x2. A su vez esta se encuentra envuelta por la 3x3x3 y así progresivamente.

En la tabla 1 se muestra la energía elástica tanto para el caso de un H en un hueco octaédrico como para el caso de un H en un hueco tetraédrico y la aportación respecto al total de cada supercelda. La energía elástica cuando el H se encuentra en un hueco octaédrico es un orden de magnitud superior respecto al hueco tetraédrico. En ambos casos, tanto si el H ocupa un hueco octaédrico

como uno tetraédrico, prácticamente toda la energía elástica es absorbida por los primeros vecinos. Las celdas adyacentes (supercelda 2x2x2) absorben el 88.09% para el caso del H en el hueco octaédrico y el 95.22% para el caso del H en el hueco tetraédrico. En el caso de la 3x3x3 absorbe respectivamente el 97.22% y 99.02% de la energía puesta en juego.

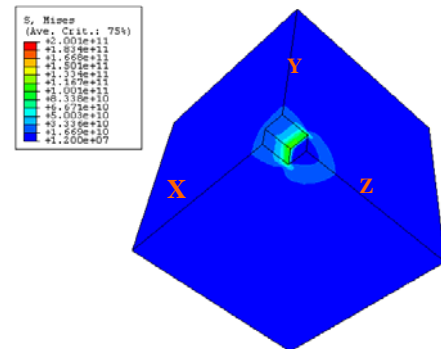


Figura 6. Tensiones producidas en las celdas adyacentes cuando el H ocupa un hueco octaédrico.

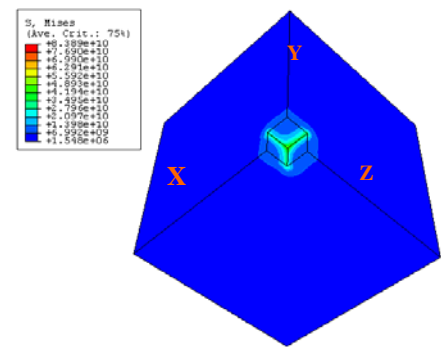


Figura 7. Tensiones producidas en las celdas adyacentes cuando el H ocupa un hueco tetraédrico.

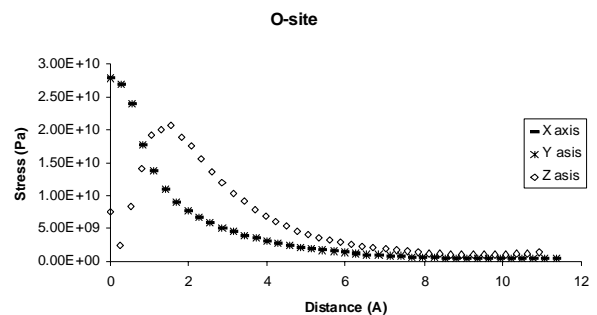


Figura 8. Tensiones en las direcciones principales cuando el H se encuentra en un hueco octaédrico.

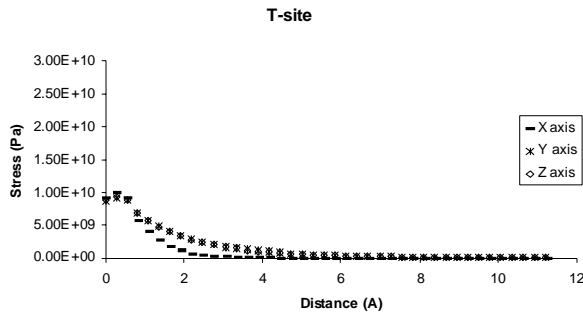


Figura 9. Tensiones en las direcciones principales cuando el H se encuentra en un huecotetraédrico.

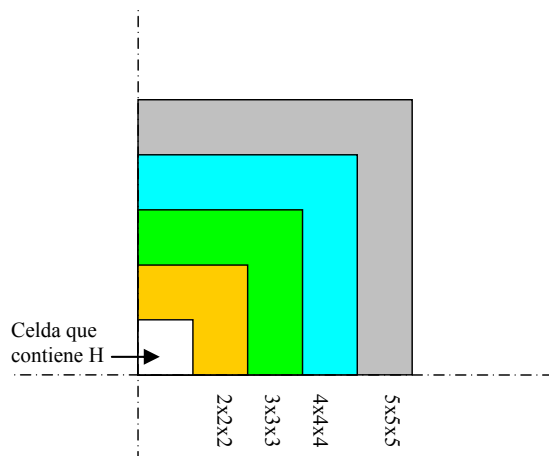


Figura 10. Esquema de la simulación por elementos finitos.

Tabla 1. Energía absorbida por las celdas adyacentes.

Supercelda		2x2x2	3x3x3	4x4x4	5x5x5
Hueco octaéd	Energía (eV)	0.1951	0.2153	0.2197	0.2214
	(%)	88.09	9.13	1.99	0.79
Hueco tetraéd	Energía (eV)	0.0233	0.0242	0.0244	0.0244
	(%)	95.22	3.80	0.72	0.26

6. CONCLUSIONES

De todo lo expuesto anteriormente se puede concluir que:

1. La posición preferente del H es diferente para alta y para baja densidad. La posición más estable para alta densidad es la octaédrica, mientras que para baja densidad el H se sitúa preferentemente en la posición tetraédrica.
2. Tanto la barrera de difusión como el camino de difusión dependen de la concentración de H intersticial. Al aumentar la densidad de H la barrera de difusión disminuye desde aproximadamente 100 meV hasta aproximadamente 60 meV. Por otra parte, el camino de difusión cambia de tetraédrico-tetraédrico para baja

densidad a octaédrico-tetraédrico-octaédrico para alta densidad de H. En el trabajo anterior ya se mostraron el efecto de las tensiones externas sobre la barrera de difusión.

2. De los cálculos ab-initio es posible obtener las constantes elásticas del material y predecir su comportamiento mediante simulación por elementos finitos.

AGRADECIMIENTOS

Los autores desean agradecer al centro de supercomputación de Barcelona (Mare Nostrum) por tiempo de cálculo.

También desean agradecer al Consolider SEDUREC y al Ministerio de educación y Ciencia la financiación concedida para la realización del proyecto MAT2003-03912 “Métodos no destructivos y estrategias para la evaluación de las estructuras de hormigón pretensadas”.

REFERENCIAS

- [1] M. Elices “Influence of residual stresses in the performance of cold-drawn pearlitic wires” Journal of Materials Science, Volume 39, Number 12, 2004, pp. 3889 – 3899.
- [2] Y. Liang, P. Sofronis and N. Aravas “On the effect of hydrogen on plastic instabilities in metals” Acta Materialia 51 (2003), pp. 2717–2730.
- [3] DG Westlake - Trans. Metall. Soc. AIME, 1969.
- [4] Nelson H.G. “Film-rupture model of hydrogen-induced, slow crack growth in acicular alpha-beta titanium” Metall. Trans. A - Phys. Metall. Mater. Sci. 7A (5), pp. 621–627, 1976.
- [5] Oriani R.A. “Hydrogen Effects in High-strength Steels” In: Gangloff, R.P., Ives, M.B. (Eds.), First International Conference on Environment-induced Cracking of Metals, NACE-10. NACE, Houston, TX, pp. 439–447, 1990.
- [6] Beachem, C.D., 1972. “A new model for hydrogen-assisted cracking (hydrogen embrittlement)”. Met. Trans. 3, 437–451.
- [7] Birnbaum, H.K., Sofronis, P. “Hydrogen-enhanced localized plasticity – a mechanism for hydrogen related fracture”. Mater. Sci. & Eng. A 176, 191–202., 1994.
- [8] Troiano A R 1960 Trans. ASM 52 54.
- [9] Oriani R.A. “Mechanistic theory of hydrogen embrittlement of steels. Ber. Bunsenges” Phys. Chem. 76 (8), pp. 848–857, 1972.

- [10] Oriani, RA; Josephic, PH, "Equilibrium and kinetic studies of the hydrogen-assisted cracking of steel" *Acta Metall.* 1977. pp. 979-988.
- [11] S. Serebrinsky, E.A. Carter, M. Ortiz "A quantum-mechanically informed continuum model of hydrogen embrittlement" *J. Mech. Phys. Solids* 52 (2004) 2403 – 2430
- [12] R. Martin, "Electronic Structure", Cambridge University Press, 2004.
- [13] W. Kohn and L.J. Sham, *Phys. Rev.* 140, A1133, 1965.
- [14] J.P. Perdew, K. Burke, M. Ernzerhof, *Phys. Rev. Lett.* 77, 3865, 1996.
- [15] D. Vanderbilt, *Phys. Rev. B* 41, 7892, 1990.
- [16] M.C. Payne, et al. *Rev. Of Mod. Phys.* 64, 1045, 1992.
- [17] R. Carr y M. Parrinello, *Phys. Rev. Lett.* 55,2471, 1985.
- [18] J. Sánchez, P. de Andrés, J. Fulla, C. Andrade "Aproximación por simulación ab-initio a la fragilización por hidrógeno en una red de hierro bcc" *Anales de Mecánica de la Fractura*, 24, vol. 2, pp. 387-392, 2007.
- [19] K. Kiuchi and R B McLellan "The solubility and diffusivity of hydrogen in well-annealed and deformed iron" *Acta. metall.* Vol. 31. No. 7, pp. 961-984, 1983.
- [20] C. Kittel, *Introduction to Solid State Physics*, 7th ed. Wiley, New York, 1996.
- [21] D. E. Jiang and Emily A. Carter "Diffusion of interstitial hydrogen into and through bcc Fe from first principles" *Physical Review B* 70, 064102, 2004.

UNA NUEVA DEFINICION DEL FACTOR DE INTENSIDAD DE TENSIONES EN ENTALLAS EN U EN MODO MIXTO

F.J. Gómez¹, M. Elices¹, F. Berto², P. Lazzarin²

¹ Departamento de Ciencia de Materiales, Universidad Politécnica de Madrid,
E.T.S. de Ingenieros de Caminos, Canales y Puertos,
C/ Profesor Aranguren s/n,
28040 Madrid, España.
E-mail: jgomez@mater.upm.es

² Department of Management and Engineering - University of Padova
Stradella S.Nicola 3 – 36100 Vicenza. Italia

RESUMEN

En el presente trabajo se propone una nueva definición del factor de intensidad de tensiones de una entalla en U (NSIF) aplicable a sólidos bajo sollicitación en modo mixto en materiales frágiles. El nuevo factor se ha deducido modificando la definición dada por Glinka en modo I, con la hipótesis de rotura en modo I local. Junto al nuevo factor de intensidad de tensiones se propone un nuevo criterio de rotura, validado frente a un programa experimental de 171 ensayos de rotura de probetas entalladas de PMMA a -60°C. Las predicciones obtenidas concuerdan con los resultados experimentales para todos los valores del radio y de la mixicidad estudiados.

ABSTRACT

A novel notch stress intensity factor (NSIF) for U-notched specimens loaded under mixed mode is examined in this article. The concept is based on the hypothesis of the equivalent local mode approach. To a certain extent, it is a generalisation of Glinka's NSIF for mode I. The applicability of a fracture criterion based on this new NSIF is checked against 171 fracture tests with PMMA (at -60 °C) performed on U-notched specimens, with different notch root radii and loaded under mixed mode.

PALABRAS CLAVE: Entallas en U, modo mixto, modo I local.

1. INTRODUCCIÓN

Los elementos estructurales con entallas redondeadas en forma de U, son componentes débiles que pueden sufrir roturas catastróficas. Para garantizar su integridad, es necesario establecer criterios que evalúen la carga máxima que resisten los sólidos entallados.

Este problema, ha sido abordado aplicando diferentes teorías y criterios de rotura, entre los que se encuentran: el criterio de tensión media [1-3], el criterio de densidad de energía crítica [4], el criterio de densidad de energía media [5-7], el criterio de Leguillon [8], o la teoría de la fisura cohesiva [9]. Casi todos estos procedimientos son compatibles con cualquier ecuación constitutiva, pero para su aplicación es necesario modelizar la geometría entallada por métodos numéricos e implementar el criterio o la teoría de rotura.

Una alternativa para predecir la carga de rotura en entallas, consiste en generalizar los criterios de rotura de sólidos fisurados. Por ejemplo el criterio de Irwin (1958), válido en materiales frágiles, que establece que

la rotura se produce cuando el factor de intensidad de tensiones alcanza el valor de la tenacidad de fractura del material [10].

$$K_I = K_{IC} \quad (1)$$

El factor de intensidad de tensiones, K_I , depende de la geometría y de la sollicitación, mientras que la tenacidad de fractura, K_{IC} , es una propiedad del material.

En las entallas redondeadas en forma de U o entallas en V con radio, el campo tensional en las proximidades de la raíz de la entalla se puede caracterizar de forma aproximada a partir de un parámetro único [11, 12], de manera similar al caso de una fisura. Este parámetro se denomina factor de intensidad de tensiones de la entalla (NSIF). El criterio de rotura queda formulado de la siguiente forma: la rotura se produce cuando el factor de intensidad de tensiones de la entalla, $K_I^{U,R}$, alcanza un valor crítico, $K_{IC}^{U,R}$, que en este caso depende del radio de entalla R.

$$K_I^{U,R} = K_{IC}^{U,R}(R) \quad (2)$$

$K_{IC}^{U,R}(R)$ es la curva de tenacidad generalizada del material, que se puede obtener, experimentalmente, a partir de criterios de rotura, modelos de daño o empleando la formulación adimensional de Gómez y Elices[13].

La aplicación del criterio (2) es relativamente sencilla, no necesita modelizaciones numéricas complejas, pero se limita a materiales frágiles y a modo I. El objetivo de este trabajo es extender su campo de validez.

A continuación se presenta una nueva definición del factor de intensidad de tensiones de entallas en U en modo mixto, y a partir de ella, un nuevo criterio de rotura. El criterio propuesto es una generalización del criterio (2) considerando el efecto de la mixicidad. Permite evaluar la rotura de sólidos entallados sometidos a solicitación en modo mixto en materiales elástico lineales hasta rotura.

2. CRITERIO DE ROTURA

El primer término del desarrollo en serie del campo tensional σ en las proximidades de la raíz de una entalla en forma de U se puede aproximar a partir de la conocida expresión de Creager y Paris [11], generalizada a entallas en V con radio por Lazzarin y Tovo [12].

$$\sigma = \frac{K_1^{U,R}}{\sqrt{2\pi r}} f\left(\frac{r}{R}, \theta\right) + \frac{K_2^{U,R}}{\sqrt{2\pi r}} g\left(\frac{r}{R}, \theta\right) \quad (3)$$

r y θ , son las coordenadas de posición, f y g dos funciones tensoriales universales, $K_1^{U,R}$ y $K_2^{U,R}$ los factores de intensidad de tensiones de la entalla en modo I y modo II respectivamente.

Al aplicar la expresión (3) en modo I, el factor, $K_2^{U,R}$, se anula y $K_1^{U,R}$ se convierte en $K_I^{U,R}$. La máxima tensión principal se produce en la raíz de la entalla, σ_{TIP} , y es igual a:

$$\sigma_{TIP} = 2 \frac{K_I^{U,R}}{\sqrt{\pi R}} \quad (4)$$

En rotura, σ_{TIP} , y el factor de intensidad de tensiones alcanzan los valores críticos, $\sigma_{TIP,C}$ y $K_{IC}^{U,R}$, respectivamente.

$$K_{IC}^{U,R} = \sigma_{TIP,C} \frac{\sqrt{\pi R}}{2} \quad (5)$$

La expresión (5) fue inicialmente formulada por Glinka [14] en modo I. La propuesta de este trabajo es generalizar su uso a, cualquier solicitación sustituyendo el punto de la raíz de la entalla por el punto en el cual se produce la máxima tensión principal.

$$K^{U,R} = \sigma_{MAX} \frac{\sqrt{\pi R}}{2} \quad (6)$$

De esta forma se define un nuevo factor de intensidad de tensiones de entalla en modo mixto, sustituyendo la tensión en la raíz σ_{TIP} por la tensión máxima que se produce a lo largo del contorno de la entalla σ_{MAX} .

El nuevo factor de intensidad de tensiones de una entalla, conduce a un nuevo criterio de rotura, que establece que la rotura se produce cuando se alcance un valor crítico. Como se comprueba a continuación este valor es independiente de la solicitación, es sólo función del radio.

$$K^{U,R} = K_C^{U,R} = K_{IC}^{U,R}(R) \quad (7)$$

3. PROGRAMA EXPERIMENTAL

Para comprobar la validez del criterio de rotura se ha llevado a cabo un amplio programa experimental de ensayos de rotura por flexión de entallas en U en PMMA a -60°C [15, 16], un material con comportamiento elástico lineal hasta rotura.

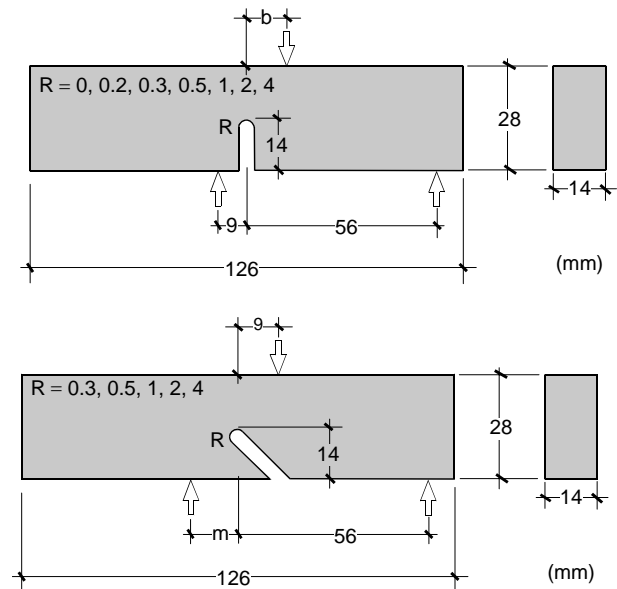


Figura 1. Forma y dimensiones de las probetas.

La forma y las dimensiones de las geometrías ensayadas aparecen en la figura 1 y las propiedades mecánicas del material a la temperatura de ensayo en la tabla 1

El programa incluye dos tipos de entallas: rectas e inclinadas 45°. En las entallas rectas se han considerado siete valores diferentes del radio de entalla ($R = 0, 0.2, 0.3, 0.5, 1.0, 2.0$ y 4.0 mm), y seis tipos de sollicitación, variando la posición del punto de aplicación de carga ($b = -3, 3, 9, 18, 27$ y 36 mm.) (Fig 3). En las entallas inclinadas se han estudiado cinco valores del radio de entalla ($R = 0.3, 0.5, 1.0, 2.0$ y 4.0 mm), y tres tipos de sollicitación, modificando la posición de uno de los apoyos (Fig 3) ($m = 3, 9$ y 15 mm).

Los detalles experimentales se pueden encontrar en otros trabajos de los autores [15, 16]. Los valores de las cargas de rotura de todas las geometrías analizadas

aparecen en las figuras 2 y 3. La rotura se produjo en todos los casos dentro del contorno circular de la entalla.

Tabla 1. Propiedades mecánicas del PMMA a -60°C

Módulo de elasticidad	$E = 5.05 \pm 0.04$ GPa
Resistencia a tracción	$\sigma_u = 128.4 \pm 0.1$ MPa
Tenacidad de fractura	$K_{IC} = 1.7 \pm 0.1$ MPa m ^{1/2}
Coefficiente de Poisson	$\nu = 0.40 \pm 0.01$

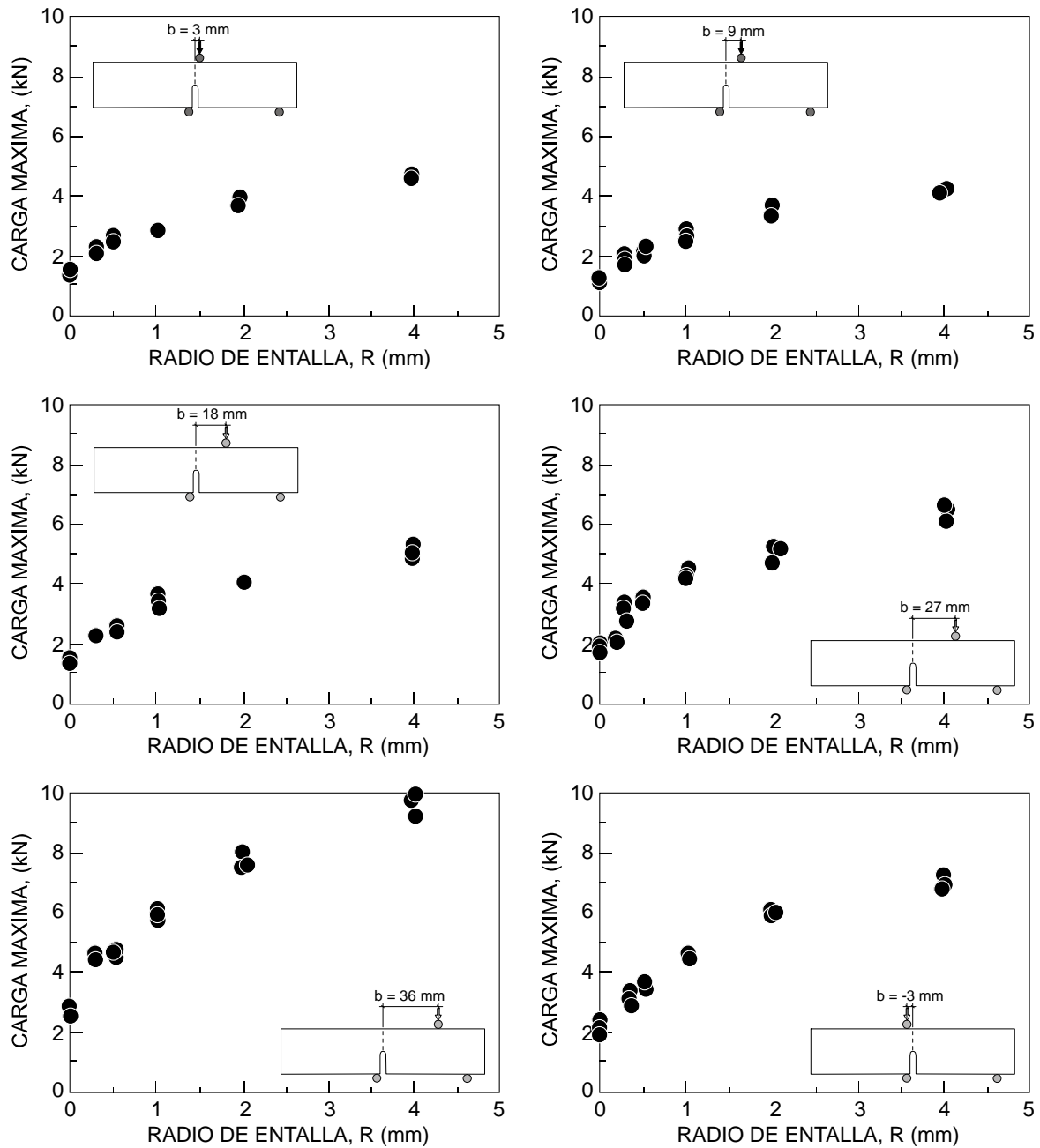


Figura 2. Cargas de rotura correspondiente a las probetas con entalla recta.

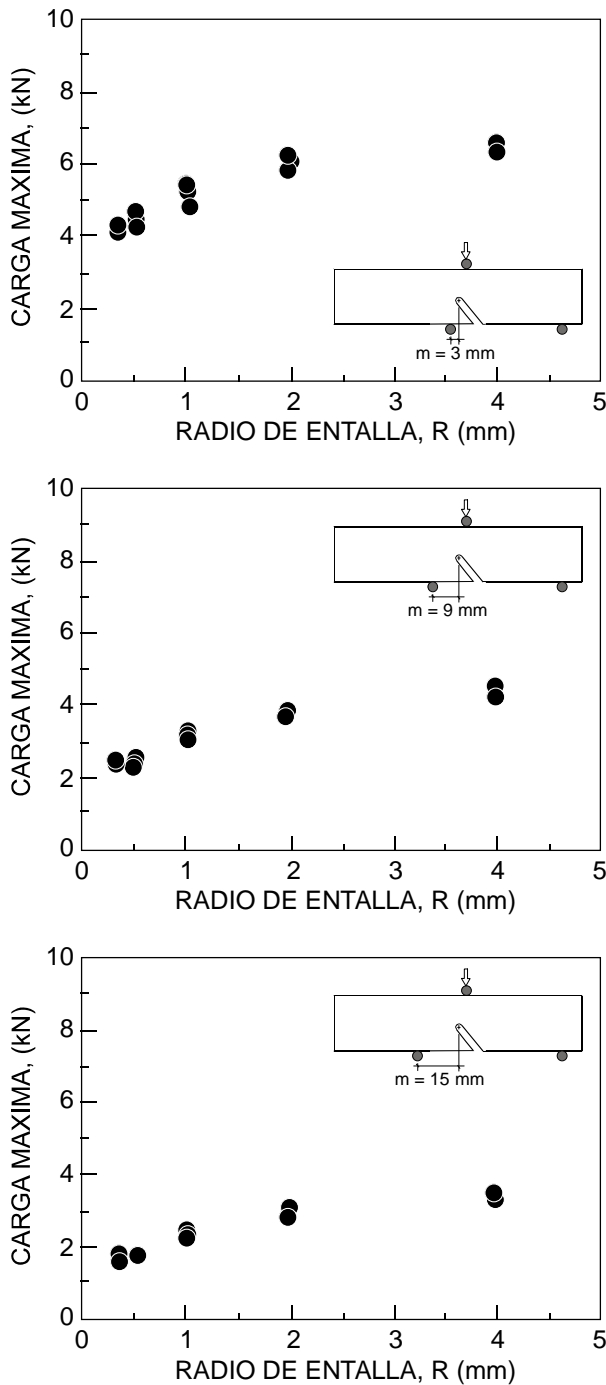


Figura 3. Cargas de rotura correspondiente a las probetas con entalla inclinada.

El programa experimental incluye tipos de solicitación muy diferentes, desde modo I puro, donde se producen tensiones normales de tracción en el ligamento de la probeta, hasta solicitaciones con tensiones normales de compresión en dicho ligamento pasando por modo II [16].

4. RESULTADOS

A partir de las cargas máximas y de la expresión (5), se han calculado los valores de los factores de intensidad

de tensiones de la entalla en el instante de rotura, $K_C^{U,R}$. La relación entre la tensión máxima en el contorno de la entalla y la carga aplicada, para las geometrías objeto de estudio, se puede encontrar en otros trabajos de los autores [17, 18].

En la figura 4 se han representado los valores de los nuevos factores de intensidad de tensiones de entalla en rotura de todas las geometrías analizadas. Se observa que coinciden en un mismo punto, para cada valor del radio.

Junto a los resultados experimentales se han dibujado las predicciones teóricas obtenidas aplicando el criterio de densidad de energía crítica y la teoría de la fisura cohesiva en modo I [6, 13]. El nuevo factor permite analizar de forma única el amplio programa experimental realizado, y predecir todos los puntos experimentales con los criterios propuestos en modo I.

5. CONCLUSIONES

La presente investigación cuantifica de forma sencilla la hipótesis de rotura en modo I local expuesta por los autores en otros trabajos [17]. La rotura de sólidos entallados en U sometidos a solicitación en modo mixto se puede analizar del mismo modo que se estudia la rotura en modo I, sólo es necesario “rotar” el criterio, cambiando en la expresión del factor de intensidad de tensiones de una entalla, la raíz por el punto de máxima tensión. La propuesta unifica los resultados de rotura obtenidos en modo I y modo mixto.

El procedimiento propuesto evalúa la carga de rotura de una entalla, de forma relativamente simple, sólo es necesario para su cálculo conocer la relación elástica lineal entre la carga aplicada y la tensión principal máxima en el contorno de la entalla.

El criterio se ha validado experimentalmente en PMMA a -60°C obteniendo una buena concordancia entre los resultados numéricos y los valores experimentales. El programa experimental ha considerado tipos de solicitación muy diferentes, desde modo I a modo II puro [16]. En todos los casos la rotura se produjo en el contorno circular de la entalla. Un posible límite de aplicación del criterio se produciría cuando la grieta se inicie en las proximidades de la parte recta. En este caso no sería aplicable la hipótesis de modo I local.

Este nuevo factor de intensidad de tensiones de entalla en modo mixto no está relacionado directamente con la expresión aproximada del campo de tensiones dada por Creager y Paris [11] o por Lazzarin y Tovo [12], y es necesario reformular el problema analíticamente buscando una relación directa entre el campo de tensiones en las proximidades del punto de rotura y el factor $K_C^{U,R}$.

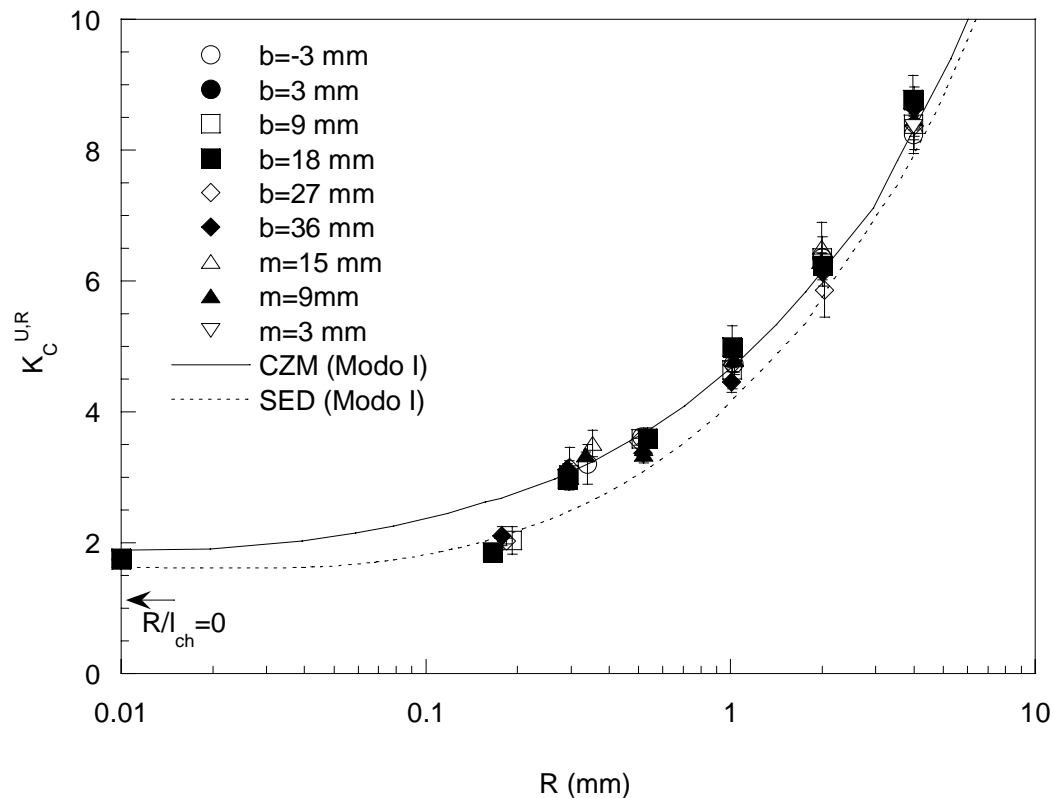


Figura 4. Factores de intensidad de tensiones de entalla crítico en modo mixto.

AGRADECIMIENTOS

La presente investigación ha sido realizada dentro de los proyectos DUMEINPA, financiado por la Comunidad Autónoma de Madrid, y SEDUREC integrado en el programa nacional de investigación CONSOLIDER INGENIO 2010. Además, los autores agradecen al Ministerio de Educación y Ciencia la financiación recibida a través del proyecto ENE2005-06478/CON.

REFERENCIAS

- [1] Novoshilov, V., "On a necessary and sufficient criterion for brittle strength". Journal of Applied Mathematics and Mechanics (Translation of PMM); 33, pag 212-222, 1969.
- [2] Seweryn, A., "Brittle fracture criterion for structures with sharp notches", Engineering Fracture Mechanics, 47, pag 673-681, 1994.
- [3] Hallström, S., Grenestedt, J.L., "Mixed mode fracture of cracks and wedge shaped notches in expanded PVC foam", International Journal of Fracture, 88, pag 343-358, 1997.
- [4] Sih, G.C., "Strain-energy-density factor applied to mixed mode crack problems", International Journal of Fracture, 10, pag 305-321, 1974.
- [5] Lazzarin, P., Zambardi, R., "A finite-volume-energy based approach to predict the static and fatigue behaviour of components with sharp V-shaped notches", International Journal of Fracture, 112, pag 275-298, 2001.
- [6] Lazzarin, P., Berto, F., "Some expressions for the strain energy in a finite volume surrounding the root of blunt V-notches", International Journal of Fracture, 135, pag 161-185, 2005.
- [7] Yosibash, Z., Bussiba, Ar., Gilad, I., "Failure criteria for brittle elastic materials", International Journal of Fracture, 125, pag 307-333, 2004.
- [8] Yosibash, Z., Priel, E., Leguillon, D., "A failure criterion for brittle elastic materials under mixed-mode loading", International Journal of Fracture, 141, pag 291-312, 2006.
- [9] Gómez, F.J., Elices, M., Valiente. A., "Cracking in PMMA containing U-shaped notches", Fatigue and

Fracture of Engineering Materials and Structures, 23, pag 795-803, 2000.

- [10] Elices M., "Mecánica de la Fractura aplicada a sólidos elásticos bidimensionales", Departamento de Ciencia de Materiales. E.T.S.I. Caminos, Canales y Puertos. U.P.M. (1996).
- [11] Creager, M., Paris, P.C., "Elastic field equations for blunt cracks with reference to stress corrosion cracking", International Journal of Fracture Mechanics, 3, pag 247-252, 1967.
- [12] Lazzarin, P., and Tovo, R., "A unified approach to the evaluation of linear elastic stress fields in the neighborhood of cracks and notches", International Journal of Fracture, 78, pag 3-19, 1996.
- [13] Gómez, F.J., Guinea, G.V., Elices M., "Failure criteria for linear elastic material with U-notches. International Journal of Fracture", 141, pag 95-109, 2005.
- [14] Glinka, G., "Energy density approach to calculation of inelastic strain-stress near notches and cracks", Engineering Fracture Mechanics, 22, pag 485-508, 1985.
- [15] Gómez, F.J., Elices, M., Berto, F., Lazzarin, P., "Local strain energy to assess the static failure of U-notches in plates under mixed mode loading. International Journal of Fracture", 145, pag 29-45, 2007.
- [16] Gómez, F.J., Elices, M., Berto, F., Lazzarin, P., "Fracture of U-notched specimens under mixed mode experimental results and numerical predictions", Engineering Fracture Mechanics, in press, 2008.
- [17] Berto, F., Lazzarin, P., Gómez, F.J., Elices, M., "Fracture assessment of U-notches under mixed mode loading. Two procedures based on the equivalent local mode I concept", International Journal of Fracture, in press, 2008.
- [18] Gómez, F.J., Elices, M., Berto, F., Lazzarin, P., "A generalised notch stress intensity factor for U-notched components loaded under mixed mode", Engineering Fracture Mechanics, in press, 2008.

PLASTICIDAD DISCRETA EN CRISTALES

M. P. Ariza¹, M. Ortiz², A. Ramasubramanian³

¹Grupo de Estructuras, Escuela Superior de Ingenieros, Universidad de Sevilla,
Camino de los Descubrimientos s/n, 41092-Sevilla.
E-mail: mpariza@us.es

²Graduate Aeronautical Laboratories, Division of Engineering and Applied Sciences,
California Institute of Technology, Pasadena, CA 91125, USA.
E-mail: ortiz@aero.caltech.edu

³Department of Mechanical and Aerospace Engineering,
Princeton University, Princeton, NJ 08544, USA.
E-mail: aramasub@Princeton.EDU

RESUMEN

Presentamos en este trabajo un modelo discreto tridimensional de plasticidad en metales con estructura cúbica centrada en el cuerpo (BCC) basado en la mecánica de dislocaciones. En esta teoría las dislocaciones se consideran como estructuras que minimizan la energía del cristal, dando lugar localmente a invariantes de red pero globalmente a autodeformaciones incompatibles o deformaciones plásticas. Las simulaciones con nuestro modelo muestran cómo las interacciones entre dislocaciones dan lugar de forma natural a fenómenos de endurecimiento, irreversibilidad e histéresis en el material.

ABSTRACT

We present a discrete mechanics model for dislocation based plasticity in BCC metals. Dislocations are treated as energy minimizing structures that lead to locally lattice-invariant but globally incompatible eigen deformations. Simulations with our model are shown to naturally produce strain-hardening, irreversibility and hysteresis, mediated by dislocation interactions.

PALABRAS CLAVE: Materiales cristalinos, nanomecánica, dislocaciones, plasticidad.

1. INTRODUCCIÓN

La modelización multiescala de materiales y sus mecanismos de deformación, tales como plasticidad en cristales, requieren un conocimiento profundo de procesos de deformación y defectos en la escala de longitud atómica como punto de partida básico para el estudio tridimensional de dinámica de dislocaciones a microescala [2] y otras simulaciones a mayores escalas de longitud [3]. Esto requiere modelos precisos de la estructura atómica, del movimiento e interacción de puntos relevantes y defectos, incluyendo vacantes, huecos intersticiales, impurezas, dislocaciones y límites de grano, al mismo tiempo que modelos precisos de aspectos relevantes de la elasticidad, incluyendo módulos elásticos y los límites de estabilidad elásticos. Para ello es preciso no únicamente entender los mecanismos cualitativos subyacentes que controlan la deformación plástica, sino también es preciso ser capaces de determinar los parámetros cuantitativos que permitan una descripción predictiva de las propiedades plásticas y resistentes en materiales reales bajo distintas condiciones.

Los modelos discretos de dislocaciones se utilizan ampliamente como método computacional para estudiar el comportamiento mecánico de los cristales. La mayoría

de estos métodos se basan en la teoría elástica lineal de dislocaciones. A pesar de su sencillez se ha conseguido conocer bastante sobre los mecanismos de deformación y endurecimiento en cristales. Los modelos discretos de dislocaciones han permitido establecer una conexión entre los defectos en cristales y su comportamiento macroscópico. Además, los modelos discretos de dislocaciones son capaces de considerar aspectos que son inaccesibles tanto para los cálculos atomísticos, debido a las limitaciones de cálculo, como para la teoría plástica de medios continuos aplicable a escalas de longitud mayores. En general, algunas de las limitaciones que presentan estos modelos se deben principalmente a que están basados en la teoría elástica lineal de dislocaciones (véanse [4], [5], [6], [7]). La teoría desarrollada por Ariza y Ortiz, y en la que se basa este trabajo, pretende en gran parte corregir algunas de dichas limitaciones. Tener en cuenta desde el principio el carácter discreto de las redes, es un primer paso que dota la teoría de algunas características deseables. El modelo tiene de manera natural resolución atomística que elimina de forma automática las divergencias asociadas con los radios de corte en los núcleos. La elasticidad de las redes se incluyen utilizando potenciales empíricos, que añaden una importante mejora respecto a la teoría elástica isótropa. De esta forma, cada línea de dislocación posee su propia estructura del núcleo

que depende del potencial interatómico y las transiciones topológicas aparecen de forma natural sin necesidad de establecer de manera explícita reglas de interacción. Los aspectos teóricos relativos a la mecánica discreta de redes cristalinas pueden verse en detalle en [1]. Otro elemento importante en nuestro modelo es el uso de la teoría de autodeformaciones de Mura [8] para calcular la energía almacenada en el cristal dado un conjunto de dislocaciones. En el tercer apartado presentamos como pueden obtenerse las contantes de fuerza a partir de potenciales empíricos, en particular potenciales de Finnis-Sinclair [9].

La aproximación discreta en combinación con el formalismo de la transformada de Fourier permite el cálculo a gran escala de una distribución de deslizamientos en un cristal de forma eficiente. Dado que las restricciones cristalográficas hacen que el valor del deslizamiento sea un múltiplo entero del vector de Burgers, el cálculo de la mínima energía de un conjunto de dislocaciones se reduce principalmente a un problema de optimización entera. Basándonos en la hipótesis de estructuras de dislocaciones de baja energía (LEDS) [10], hemos desarrollado un algoritmo iterativo de búsqueda que obtiene estados de equilibrio metaestable de baja energía del cristal. El problema se reduce al cálculo de equilibrio local en un grupo bastante reducido, respecto al número total, de aristas. Las ventajas desde el punto de vista computacional son significativas. Demostramos la eficacia de esta aproximación mediante una aplicación al problema de un punto de dilatación en el interior de un sólido cristalino.

2. COMPLEJOS DE REDES PARA CRISTALES CÚBICOS CENTRADOS EN EL CUERPO (BCC)

Los mecanismos de dislocaciones en redes cristalinas, pueden expresarse en término de campos definidos en la propia red, i.e., el campo de desplazamientos y la densidad de energía; y campos que se definen en redes auxiliares, i.e., los campos de autodeformaciones que describen las dislocaciones.

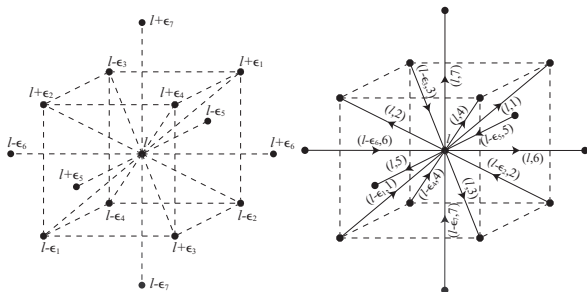


Figura 1: Representación del complejo de red cúbica centrada en el cuerpo. a) Vértices. b) Grupo de aristas elementales.

La red de Bravais para un cristal con estructura cúbica centrada en el cuerpo se genera a partir de la base $(-a/2, a/2, a/2)$, $(a/2, -a/2, a/2)$, $(a/2, a/2, -a/2)$. En las Fig. 1

a 3 puede verse la representación de un complejo CW para esta red, siendo $\epsilon_1 = (1, 0, 0)$, $\epsilon_2 = (0, 1, 0)$, $\epsilon_3 = (0, 0, 1)$, $\epsilon_4 = (1, 1, 1)$, $\epsilon_5 = (0, 1, 1)$, $\epsilon_6 = (1, 0, 1)$ and $\epsilon_7 = (1, 1, 0)$.

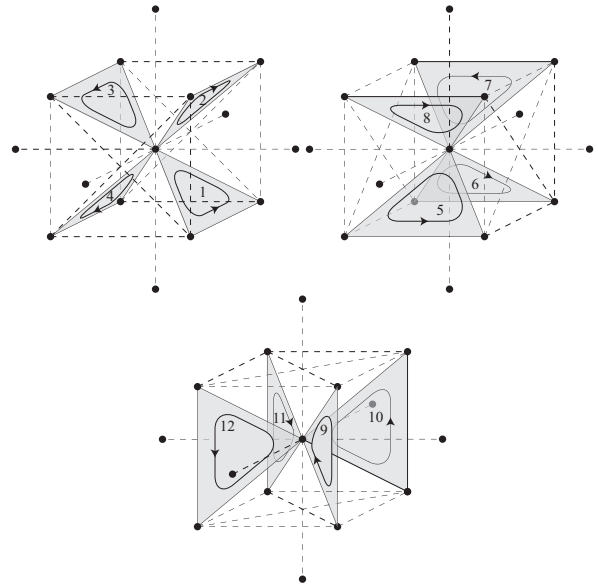
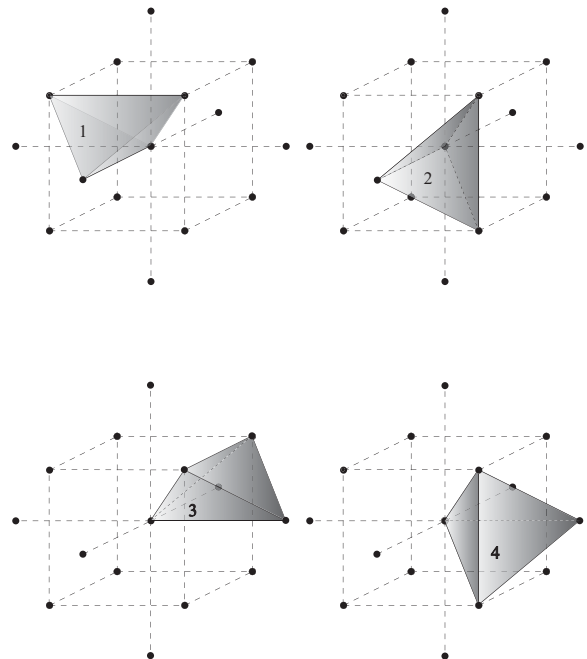


Figura 2: Representación del complejo de red cúbica centrada en el cuerpo. Grupo de áreas elementales.



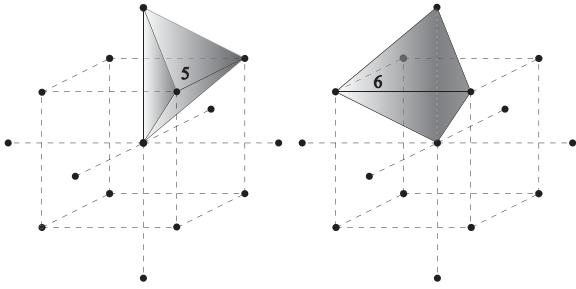


Figura 3: Representación del complejo de red cúbica centrada en el cuerpo. Grupo de volúmenes elementales.

S. D.	A2	A3	A6	B2	B4	B5
$\sqrt{3}s$	$[\bar{1}11]$	$[\bar{1}11]$	$[\bar{1}11]$	$[111]$	$[111]$	$[111]$
$\sqrt{2}m$	$(0\bar{1}1)$	(101)	(110)	$(0\bar{1}1)$	$(\bar{1}01)$	$(\bar{1}10)$
S. D.	C1	C3	C5	D1	D4	D6
$\sqrt{3}s$	$[11\bar{1}]$	$[11\bar{1}]$	$[11\bar{1}]$	$[11\bar{1}]$	$[11\bar{1}]$	$[11\bar{1}]$
$\sqrt{2}m$	(011)	(101)	$(\bar{1}10)$	(011)	$(\bar{1}01)$	(110)

Tabla 1: Sistemas de deslizamiento en cristales cúbicos centrados en el cuerpo en notación de Schmid y Boas. m es la normal unitaria al plano de deslizamiento y s el vector unitario en la dirección del vector Burgers. Nótese que los vectores se expresan en coordenadas cartesianas y no en la base del cristal.

El complejo se escoge de forma que contiene las direcciones de deslizamiento $\frac{1}{2}\{111\}$ y los planos de deslizamiento $\{110\}$. A partir de las figuras se deduce que el conjunto de vértices se numera como una red simple; el conjunto de aristas elementales como una red compleja formada por siete subredes simples; el conjunto de áreas elementales como una red compleja formada por doce subredes simples; y el conjunto de volúmenes elementales como una red compleja formada por seis subredes. Como referencia, en la Tabla 1 se presentan los principales sistemas de deslizamiento de las redes BCC, puede verse fácilmente que los conjuntos elementales de aristas y áreas tienen en cuenta estos sistemas.

3. ENERGÍA ALMACENADA EN DISLOCACIONES DISCRETAS

En la aproximación lineal del problema, la energía es una forma cuadrática de los campos de desplazamiento y autodeformaciones, y admite la representación [1]

$$E(\mathbf{u}) = \int_{E_1} \int_{E_1} \frac{1}{2} B_{ik}(e_1, e'_1) du_i(e_1) du_k(e'_1) \quad (1)$$

$$\equiv \frac{1}{2} \langle \mathbf{B} \mathbf{d} \mathbf{u}, \mathbf{d} \mathbf{u} \rangle$$

y

$$E(\mathbf{u}) = \int_{E_0} \int_{E_0} \frac{1}{2} A_{ik}(e_0, e'_0) u_i(e_0) u_k(e'_0) \quad (2)$$

$$\equiv \frac{1}{2} \langle \mathbf{A} \mathbf{u}, \mathbf{u} \rangle$$

donde $\mathbf{u} : E_0 \rightarrow \mathbb{R}^n$ es el campo de desplazamientos, y $\mathbf{A} : E_0^2 \rightarrow \text{sym} \mathbb{R}^{n \times n}$ and $\mathbf{B} : E_1^2 \rightarrow \text{sym} \mathbb{R}^{n \times n}$ representa las constantes de fuerza armónicas del cristal. Por invariancia respecto a traslaciones se tiene

$$\mathbf{B} \mathbf{d} \mathbf{u} = \Psi * \mathbf{d} \mathbf{u} \quad (3a)$$

$$\mathbf{A} \mathbf{u} = \Phi * \mathbf{u} \quad (3b)$$

donde Ψ y Φ son los campos de constantes de fuerza de la red y $*$ indica convolución.

Dada una deformación homogénea invariante de la red de la forma

$$\mathbf{F} = \mathbf{I} + \frac{\xi}{d} \mathbf{b} \otimes \mathbf{m} \quad (4)$$

donde \mathbf{m} es la normal unitaria al plano de deslizamiento, \mathbf{b} el vector de Burgers, d la distancia entre planos y $\xi \in \mathbb{Z}$ la magnitud del deslizamiento. Las autodeformaciones β son

$$\beta = (\mathbf{F} - \mathbf{I}) d \mathbf{x}(e_1) = (d \mathbf{x}(e_1) \cdot \mathbf{m}) \frac{\xi}{d} \mathbf{b}. \quad (5)$$

El producto $(d \mathbf{x}(e_1) \cdot \mathbf{m})$ es cero cuando la arista correspondiente está contenida en el plano de deslizamiento y es igual a la distancia entre planos d en caso contrario. Podemos suponer que autodeformaciones exactas, o compatibles, de estipo no cuestan energía al cristal. Por lo tanto, la energía elástica puede escribirse como

$$E(\mathbf{u}, \xi) = \frac{1}{2} \langle \mathbf{B}(\mathbf{d} \mathbf{u} - \beta), \mathbf{d} \mathbf{u} - \beta \rangle \quad (6)$$

que sustituye a la Eq. 1 cuando existe deslizamiento cristalográfico.

Suponiendo una distribución de fuerzas $\mathbf{f} : E_0 \rightarrow \mathbb{R}^n$ actuando sobre el cristal, la energía potencial total de la red viene dada por

$$F(\mathbf{u}, \xi) = E(\mathbf{u}, \xi) - \langle \mathbf{f}, \mathbf{u} \rangle \quad (7)$$

Minimizando $F(\mathbf{u}, \xi)$ con respecto a \mathbf{u} nos da la ecuación de equilibrio

$$\mathbf{A} \mathbf{u} = \mathbf{f} + \delta \mathbf{B} \beta \quad (8)$$

donde $\delta \mathbf{B} \beta$ puede considerarse la distribución de auto-fuerzas correspondientes a la autodeformaciones β . La energía almacenada en el cristal en término del campo de deslizamiento se escribe como

$$E(\xi) = \frac{1}{2} \langle \mathbf{H} \xi, \xi \rangle \quad (9)$$

donde el operador \mathbf{H} se define por

$$\langle \mathbf{H} \xi, \xi \rangle = \langle \mathbf{B} \beta, \beta \rangle - \langle \mathbf{A}^{-1} \delta \mathbf{B} \beta, \delta \mathbf{B} \beta \rangle \quad (10)$$

en la que β y ξ se relacionan mediante $\beta = \sum_{s=1}^M \sum_{e_1 \in E_1(\mathbf{m}^s)} \xi^s(e_1) \mathbf{b}^s e^1$. Por invariancia frente a traslaciones debemos tener

$$\mathbf{H} \xi = \Upsilon * \xi \quad (11)$$

para un módulo de endurecimiento discreto Υ , el cual queda totalmente definido a partir de las constantes de fuerza del material.

4. RESULTADOS NUMÉRICOS

4.1. Energía del núcleo de una dislocación de tornillo en material BCC

Debido a la estructura atómica de su núcleo, la movilidad de dislocaciones largas de tornillo [111] en metales BCC está fuertemente restringida, haciéndolas responsables del comportamiento plástico del material a baja temperatura. Hemos obtenido la energía asociada con una dislocación recta para materiales de transición (Mo, V, Ta y W).

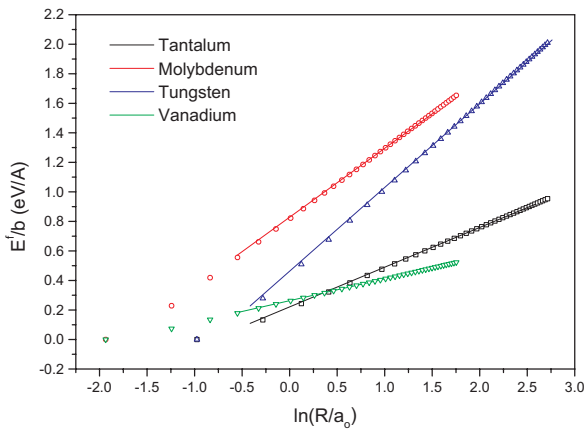


Figura 4: Energía de una dislocación de tornillo [111] en función de $\ln(R/R_c)$.

En la teoría elástica de medios continuos, la energía de formación por unidad de longitud de una dislocación de tornillo infinita recta incluye dos términos, la energía del núcleo almacenada en r_o y la energía elástica [11] almacenada en la región cilíndrica de radios exterior e interior, R y r_o respectivamente

$$E^f = E_{core}^f + A \ln \left(\frac{R}{r_o} \right) \quad (12)$$

el coeficiente A es función de los módulos elásticos c_{11} , c_{12} y c_{44} y de los cosenos directores de la línea de la dislocación según los ejes cúbicos [12], [13], y el vector de Burgers b . Ya que A no es un parámetro físico, en el sentido de que depende de r_o , hemos comparado en la tabla 2 $A^{elasticidad}$ calculado directamente a partir de los módulos elásticos obtenidos de las constantes de fuerza y la pendiente de las rectas de los resultados obtenidos $A^{teoría discreta}$.

	$A^{elasticidad}$	$A^{teoría discreta}$
Tungsten	0.597	0.567
Tantalum	0.244	0.269
Vanadium	0.161	0.147
Molybdenum	0.453	0.466

Tabla 2: Comparación del coeficiente elástico A calculado a partir del módulo elástico y los datos obtenidos (eV/Å).

4.2. Endurecimiento del material

Modelos de endurecimiento de material implican la formación de grupos o intersecciones de dislocaciones que obstaculizan su movimiento y aumentan la resistencia al deslizamiento plástico. Cabe esperar que este tipo de efectos aparezcan en nuestro modelo a partir de consideraciones puramente energéticas. Es preciso para ello comprobar a través de ejemplos sencillos cuando se forman dichas intersecciones y cómo afectan a la resistencia al deslizamiento entre planos del material. Hemos estudiado una muestra de molibdeno que contiene un millón de átomos, e incluido cuádrupolos de dislocaciones tipo tornillo en los sistemas de deslizamiento tipo A6 y C5. Partiendo de esta configuración permitimos la relajación del material y aplicamos posteriormente una deformación por cortante que en condiciones normales haría que se anularan los dipolos del sistema de deslizamiento A6. En la figura ?? se muestran algunos pasos de este proceso.

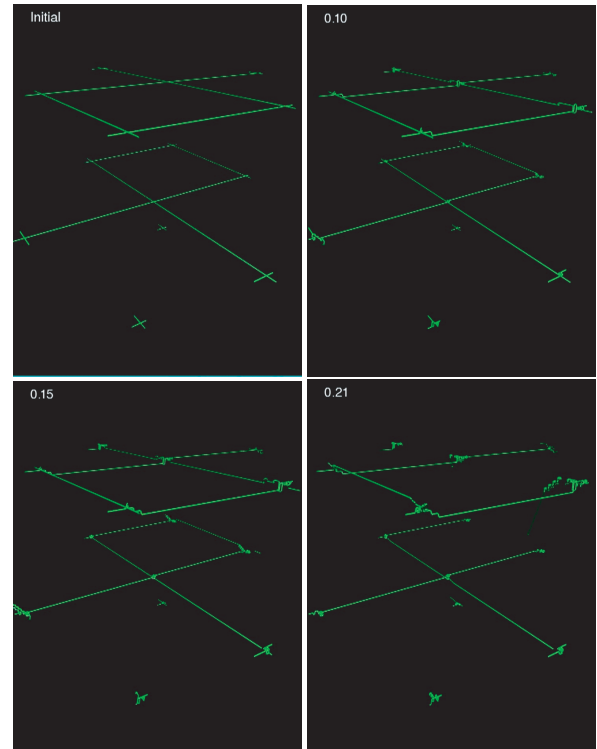


Figura 5: Formación de intersecciones de dislocaciones en molibdeno.

5. CONCLUSIONES

En este trabajo hemos extendido la teoría discreta desarrollada por Ariza y Ortiz al estudio de la dinámica de dislocaciones en materiales con estructura cristalina cúbica centrada en el cuerpo como mecanismo responsable del comportamiento plástico de estos materiales.

Hemos desarrollado un algoritmo iterativo de búsqueda que obtiene estados de equilibrio metaestable de baja energía del cristal de manera eficiente, y lo hemos aplicado al estudio de los fenómenos de endurecimiento del material y formación de intersecciones de líneas de dislocación en un sólido cristalino.

AGRADECIMIENTOS

Los autores desean expresar su agradecimiento por el apoyo recibido al US Department of Energy a través del proyecto Caltech's ASC Center on the Simulation of the Dynamic Response of Materials y al Ministerio de Educación y Ciencia a través del proyecto DPI2006-05045.

REFERENCIAS

- [1] Ariza, M. P. and Ortiz, M., Discrete Crystal Elasticity and Discrete Dislocations in Crystals, *Archive for Rational Mechanics and Analysis*, **178** pp. 149-226, 2005.
- [2] Bulatov, V.V., Current Developments and Trends in Dislocation Dynamics, *J. Computer-Aided Mater. Design*, **9**(2) pp. 133-144, 2002.
- [3] Becker, R., Developments and Trends in Continuum Plasticity, *J. Computer-Aided Mater. Design*, **9**(2) pp. 145-163, 2002.
- [4] Kubin, L. P. and Canova, G., The modelling of dislocation patterns, *Scripta Metallurgica et Materialia*, **27**(8) pp. 957-962, 1992.
- [5] Madec, R. and Devincere B. and Kubin L. P., Simulation of dislocation patterns in multislip, *Scripta Materialia*, **47**(10) pp. 689-695, 2002.
- [6] Wang, Y. U. and Jin, Y. M. and Cuitino, A. M. and Khatachuryan, A. G., Nanoscale phase field microelasticity theory of dislocations: model and 3D simulations, *Acta Materialia*, **49**(10) pp. 1847-1857, 2001.
- [7] Xiang, Y. and Cheng, L. T. and Srolovitz, D. J. and E, W., A level set method for dislocation dynamics, *Acta Materialia*, **51**(18) pp. 5499-5518, 2003.
- [8] Mura, T., *Micromechanics of defects in solids*, Kluwer Academic Publishers, Boston, 1987.
- [9] Finnis, M. W. and Sinclair, J. E., A Simple Empirical N-Body Potential for Transition-Metals, *Philosophical Magazine A-Physics of Condensed Matter Structure Defects and Mechanical Properties*, **50**(1) pp. 45-55, 1984.
- [10] Kuhlmann-Wilsdorf, D., The theory of dislocation-based crystal plasticity, *Philosophical Magazine A*, **79**(4) pp. 955-1008, 1999.
- [11] Foreman, A. J. E., Dislocation energies in anisotropic crystals, *Acta Metallurgica*, **3**(4) pp. 322-330, 1955.
- [12] Head, A. K., The [111] dislocation in a cubic crystal, *Physics Status Solidi*, **6** pp. 461-465, 1964.
- [13] Stroh, A. N., Dislocations and cracks in anisotropic elasticity, *Philosophical Magazine*, **3** pp. 625-646, 1958.
- [14] Ramasubramanian, A. Ariza, M.P. and Ortiz, M., A discrete mechanics approach to dislocation dynamics in bcc crystals, *Journal of the Mechanics and Physics of Solids*, **55** pp. 615-647, 2007.

ESTUDIO DE LA EVOLUCIÓN DE NANOHUECOS A TEMPERATURA FINITA EN CRISTALES METÁLICOS MEDIANTE EL MÉTODO CUASICONTINUO

C. Arévalo¹, M. P. Ariza¹, M. Ortiz², J. Knap³, J. Marian³

¹ Departamento de Mecánica de los Medios Continuos y Teoría de Estructuras, Escuela Superior de Ingenieros (Universidad de Sevilla),
Camino de los Descubrimientos, s/n,
41092 Sevilla, España
E-mail: carevalo@us.es

² Division of Engineering and Applied Science, California Institute of Technology,
Pasadena, California 91125, USA
E-mail: ortiz@aero.caltech.edu

³ CMELS Directorate, Lawrence Livermore National Laboratory,
7000 East Avenue, Livermore, California 94550, USA
E-mail: marian1@llnl.gov

RESUMEN

El ensayo a tracción hasta rotura de materiales dúctiles comienza con la formación, en la zona central de la probeta, de un estrangulamiento seguido de la nucleación de numerosas cavidades a escala nanoscópica. El crecimiento y coalescencia de estas nanocavidades dan lugar a una grieta que se propaga hacia la superficie en dirección perpendicular a la carga aplicada. Este trabajo se centra en el estudio de la evolución de estos nanohuecos en materiales metálicos con estructura cúbica centrada en las caras (fcc), en particular oro y aluminio, aunque es extensible a materiales con estructura cúbica centrada en el cuerpo (bcc). El método cuasicontinuo utilizado para llevar a cabo este análisis, se enmarca dentro de las técnicas de modelización multiescala y se basa en una aproximación mixta del dominio, continua y atomística. Este método estudia los modelos de red a temperatura finita comenzando por un sistema atomístico definido en la cavidad que se quiere estudiar, y reduciendo el espacio de configuración del cristal aplicando condiciones cinemáticas basadas en elementos finitos.

ABSTRACT

Breaking tensile test of ductile materials starts with the formation, in the test material central area, of a choking followed by the nucleation of several cavities at nanoscopic scale. Nanovoids growth and coalescence give rise to a crack which propagates towards the surface in the perpendicular direction to the applied charge. This work is focused in the study of the evolution of these nanovoids for metallic materials with face centered cubic (fcc) structure, in particular gold and aluminium, but it is extensible to materials with body centered cubic (bcc) structure. The Quasicontinuum (QC) method has been performed to carry out such an analysis. This method is framed inside the multiscale modelling techniques and it is based on a mixed approximation of the system, continuum and atomistic. QC is a method for systematically coarse-graining lattice models at finite temperature. The method starts with the complete atomistic system and reduces the configuration space of the crystal through application of finite-element-based kinematic constraints.

PALABRAS CLAVE: Fractura dúctil, Cuasicontinuo, nanohuecos, Modelización Multiescala

1. INTRODUCCIÓN

En metales, a temperatura ambiente, el proceso de fractura incluye tanto deformación plástica como la formación de estricciones. Debido a la concentración de tensiones en el vértice de la grieta, se forma una zona plástica independientemente de que haya habido o no plasticidad antes del comienzo de la fractura. Como consecuencia, se produce un enroscamiento de la punta

de la grieta que reduce el efecto concentrador de tensiones. Se forman así cavidades en la zona plástica que, por coalescencia, dan lugar al crecimiento de la grieta [1].

La forma típica de rotura de las muestras a tracción de materiales dúctiles se presenta en la figura 1. Como se ha comentado anteriormente, al producirse la estricción se forman pequeñas cavidades (nanocavidades) en el

interior del material. Según la deformación continua, las cavidades coalescen para formar una grieta en el centro de la muestra que se propaga hacia los bordes en la dirección perpendicular a la tensión aplicada. Finalmente, cuando se acerca a la superficie, la grieta cambia su dirección a 45° con respecto al eje de tensión aplicada (el material se desgarrá siguiendo los planos de máximas cortaduras). Resulta así una fractura en forma de cono y embudo como se aprecia en la figura 1 [2].

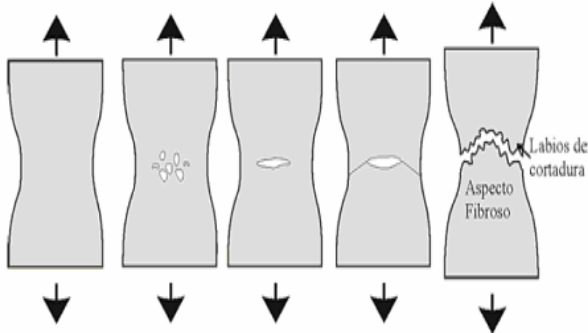


Figura 1. Rotura de las muestras a tracción en materiales dúctiles.

Es por tanto de gran importancia, para el estudio del comportamiento mecánico de materiales metálicos sometidos a tracción, conocer el crecimiento y la evolución de estas cavidades de tamaño inicialmente nanoscópico. Éste es el objetivo principal de este trabajo, en el que hemos utilizado como herramienta de cálculo el método de modelización multiescala Cuasicontinuo (QC) basado en una aproximación mixta del dominio, continua y atomística. En las secciones siguientes, 2 y 3, se expondrá en qué consiste el método QC y las razones que lo hacen adecuado para este análisis. En la sección 4 presentamos el estado de arte del trabajo que se está realizando actualmente sobre el crecimiento de nanocavidades para cristales con estructura fcc, concretamente oro y aluminio. Finalmente se enumerarán las conclusiones principales.

2. MÉTODO CUASICONTINUO ESTÁTICO

Las cavidades descritas previamente, en sus primeras etapas de crecimiento, deben ser estudiadas como un conjunto de defectos a escala atómica, necesitando por lo tanto métodos de simulación atomísticos para su comprensión. Pero producen campos elásticos de largo alcance, lo que implica la necesidad de considerar celdas de gran tamaño para el estudio del daño que producen.

Debido a la necesidad de simulaciones atomísticas, dentro de las técnicas de simulación multiescala, el método de Dinámica Molecular (DM) podría suponer un acercamiento natural para la comprensión de los mecanismos intrínsecos que llevan a la evolución de estas cavidades. Existen diversos estudios de nanohuecos en DM [3-6] que revelan información muy

útil sobre las mismas. Sin embargo, DM proporciona resultados adecuados para el crecimiento de huecos sólo para grandes deformaciones. Además, la existencia de condiciones de contorno periódicas limita los resultados. Por lo tanto, se requiere para este tipo de estudio, una técnica de simulación que incluya resolución atomística y continua al mismo tiempo.

Esta técnica, que es la que se ha utilizado para llevar a cabo este análisis, es el método QC que establece las bases de un esquema computacional para unir la escala continua y la atomística de manera uniforme. Esto se obtiene introduciendo constantes cinemáticas de forma que se mantiene la capacidad de resolución atomística total en la zona de interés, por ejemplo en un nanohuevo, mientras que la zona continua se introduce sistemáticamente a medida que se aleja de esta región, y el campo de desplazamiento muestra una variación lenta en la escala de la red del cristal.

La teoría estática del método QC a temperatura cero fue desarrollada por Tadmor y colaboradores [7,8]. Posteriormente, J. Knap y M. Ortiz desarrollaron la versión estática del código en tres dimensiones [9,10].

El método se basa en la consideración de un cristal como un conjunto de N átomos en una configuración de referencia ocupando un subconjunto \mathcal{Z} de una red de Bravais d -dimensional. Los vectores base son $\{\mathbf{a}_i, i = 1, \dots, d\}$. Las coordenadas de los átomos en la configuración de referencia son:

$$\mathbf{X}(\mathbf{l}) = \sum_{i=1}^d l^i \mathbf{a}_i, \mathbf{l} \in \mathcal{Z} \subset \mathbb{R}^d \quad (1)$$

donde \mathbf{l} son las coordenadas de la red asociadas con los átomos individuales. Se define $\mathbf{q} \in X \equiv \mathbb{R}^{N_d}$ como el conjunto de las posiciones atómicas en la configuración deformada y X el espacio de configuración del cristal. $\mathbf{q}(\mathbf{l})$ son las coordenadas de un átomo individual en la configuración deformada. Puesto que, a $T = 0K$ los átomos no exhiben oscilaciones rápidas alrededor de su posición de referencia, la energía del cristal es una función que se puede expresar mediante el uso de potenciales interatómicos. En el caso de cargas aplicadas se asumen conservativas y derivan de un potencial externo. Así, la energía potencial total es de la forma:

$$\Phi(\mathbf{q}) = E(\mathbf{q}) + \Phi_{ext}(\mathbf{q}) \quad (2)$$

Además el cristal puede estar sujeto a condiciones de contorno de desplazamiento sobre partes de su contorno. Entonces el problema de determinar las configuraciones de equilibrio metaestable del sistema (que es el objetivo del método) es el problema de la búsqueda de un mínimo local del funcional de energía consistente con las condiciones de contorno,

$$\min_{\mathbf{q} \in X} \Phi(\mathbf{q}) \quad (3).$$

Para sistemas con un gran número de átomos, el problema de minimización se vuelve muy costoso computacionalmente. En este caso el problema se soluciona mediante la aplicación de tres pasos fundamentales:

2.1. Problema de minimización condicionada

La esencia de la teoría de QC está en reemplazar la ecuación (3) por un problema de minimización de $\Phi(\mathbf{q})$ aproximado sobre un subespacio X_h de X . Para definir X_h se comienza estableciendo un conjunto reducido $\mathcal{L}_h \subset \mathcal{L}$ de $N_h < N$ átomos representativos o nodos. La selección se hace basándose en la variación local del campo de deformación. Se introduce una triangulación \mathcal{T}_h de \mathcal{L}_h de forma que las posiciones del resto de los átomos se determinan por interpolación lineal de las coordenadas nodales. Así, la posición interpolada de un átomo denotado por $\mathbf{q}_h(\mathbf{l})$, viene dada por:

$$\mathbf{q}_h(\mathbf{l}) = \sum_{\mathbf{l}_h \in L_h} \varphi(\mathbf{l}|\mathbf{l}_h) \mathbf{q}_h(\mathbf{l}_h) \quad (4)$$

donde $\varphi(\mathbf{l}|\mathbf{l}_h)$ denota la función de forma asociada al átomo representativo \mathbf{l}_h y evaluada en $\mathbf{X}(\mathbf{l})$ cumpliendo que

$$\varphi(\mathbf{l}'_h|\mathbf{l}_h) = \delta(\mathbf{l}'_h|\mathbf{l}_h) \quad (5)$$

con δ una delta de Kronecker.

El problema de minimización se define ahora como:

$$\min_{\mathbf{q}_h \in X_h} \Phi(\mathbf{q}_h) \quad (6).$$

Las ecuaciones de equilibrio reducidas son:

$$\mathbf{f}_h(\mathbf{l}_h) = \sum_{\mathbf{l} \in L} \mathbf{f}(\mathbf{l}) \varphi(\mathbf{l}|\mathbf{l}_h) = 0 \quad (7)$$

$$\mathbf{f}(\mathbf{l}) = \frac{\partial \Phi}{\partial \mathbf{q}(\mathbf{l})}(\mathbf{q}) \quad (8)$$

2.2. Reglas de suma

Para un cristal de gran tamaño, la ecuación (6) es también cara computacionalmente. Una manera de resolver esta dificultad consiste en establecer el comportamiento del cristal sobre agrupaciones de átomos alrededor de los átomos representativos, como muestra la figura 2.

Se define $\mathcal{C}(\mathbf{l}_h)$ como una agrupación de sitios de red dentro de una esfera de radio $r(\mathbf{l}_h)$ con centro en el nodo

\mathbf{l}_h . Se define también $g(\mathbf{l})$ como una función de red cuya suma sobre toda la red es,

$$S = \sum_{\mathbf{l} \in L} g(\mathbf{l}) \quad (9)$$

Entonces, la regla de la suma para agrupaciones aproxima S por:

$$S \approx S_h = \sum_{\mathbf{l}_h \in L_h} n_h(\mathbf{l}_h) S(\mathbf{l}_h) \quad (10)$$

donde $S(\mathbf{l}_h)$ denota la suma sobre todos los átomos de la agrupación y $n_h(\mathbf{l}_h)$ los pesos, número de átomos asociados con el nodo \mathbf{l}_h , que se computan obligando a que la ecuación (10) sea exacta para todas funciones base, es decir,

$$\sum_{\mathbf{l} \in L} \varphi(\mathbf{l}|\mathbf{l}_h) = \sum_{\mathbf{l}'_h \in L_h} n_h(\mathbf{l}'_h) \sum_{\mathbf{l} \in \mathcal{C}(\mathbf{l}'_h)} \varphi(\mathbf{l}|\mathbf{l}_h), \quad \forall \mathbf{l}_h \in L_h \quad (11).$$

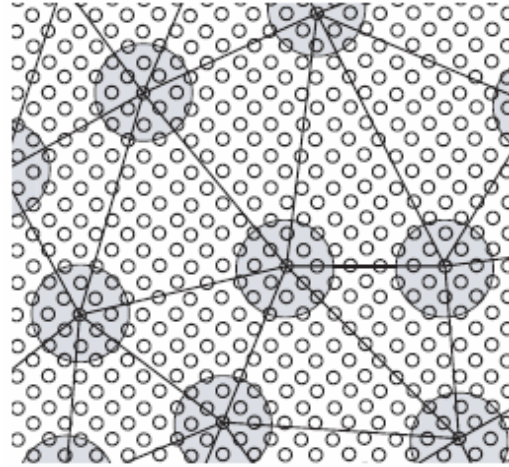


Figura 2. Agrupaciones de átomos en la triangulación del cristal.

Gracias a la ecuación (10), las ecuaciones de equilibrio se reducen a la forma:

$$\mathbf{f}_h(\mathbf{l}_h) \approx \sum_{\mathbf{l}'_h \in L_h} n_h(\mathbf{l}'_h) \left[\sum_{\mathbf{l} \in \mathcal{C}(\mathbf{l}'_h)} \frac{\partial F}{\partial \mathbf{q}(\mathbf{l})} \varphi(\mathbf{l}|\mathbf{l}_h) \right] \quad (12).$$

2.3 Refinamiento adaptativo

El tercer paso fundamental en el método QC consiste en el uso de una malla adaptativa como malla computacional para la estructura del campo de deformación. Idealmente la adaptabilidad debería venir guiada por la energética del sistema; la malla debería retornar la menor energía potencial posible para un número fijo de átomos representativos. Sin embargo, para optimizar la malla de esta manera es necesario conocer la relación entre la energía y el tamaño de la malla. Desafortunadamente no se dispone de esta información.

Es necesario, por lo tanto, la utilización de indicadores de adaptación empíricos basados en el campo de desplazamiento del cristal. Se toma como indicador la medida de la variación del campo de desplazamiento $\varepsilon(K)$ para un simplicial K definido como:

$$\varepsilon(K) = \sqrt{|\Pi_E(K)|}h(K) \quad (13)$$

Donde $\Pi_E(K)$ es el segundo invariante del tensor de deformación de Lagrange para el simplicial K y $h(K)$ es el tamaño de K . El elemento K se estima aceptable si

$$\frac{\varepsilon(K)}{b} < TOL \quad (14)$$

Para una tolerancia $TOL < 1$. Si esto no ocurre se refina. b denota el vector de Burgers más pequeño del cristal. Así el criterio de adaptación se diseña de tal forma que la resolución atomística se consigue cuando el simplicial se desliza un vector de Burgers completo. El valor que se elige para TOL debe suponer un compromiso entre la demanda de exactitud en los cálculos y la eficiencia computacional.

3. MÉTODO CUASICONTINUO A TEMPERATURA FINITA

Con el fin de realizar una extensión de las aplicaciones de la técnica QC, Y. Kulkarni en su tesis doctoral [11] desarrolló un modelo QC para temperatura finita. Esta formulación se basa en el principio de máxima entropía. Este principio permite analizar la información disponible y determinar una función de distribución de probabilidad única. Establece que la función que menos se desvía es la que minimiza la entropía.

En el caso de nuestro modelo la idea básica es tener en cuenta la energía contenida en las oscilaciones térmicas de los átomos para obtener potenciales termodinámicos macroscópicos efectivos evitando así el tratamiento de todos los grados de libertad atómicos. Esto se establece construyendo una función de probabilidad para el sistema mediante la aproximación de campo medio. En esta formulación, a diferencia del conjunto canónico de Gibbs, impone condiciones locales en la mecánica de los átomos en lugar de condicionar la energía, de ese modo se obtienen análogos locales para las funciones de distribución de probabilidad que poseen una forma gaussiana. Esto imparte al método la habilidad de derivar formas locales de los potencial termodinámicos, que permiten modelar el fenómeno de no equilibrio así como la habilidad de tener en cuenta la anarmonicidad de los potenciales interatómicos, de forma numérica, en la energía libre macroscópica.

Este modelo de QC posee la misma estructura que la formulación a temperatura cero, con la distinción de que el funcional de energía que se minimiza ya no es la energía potencial dada por la ecuación (2), sino una

energía dependiente de la temperatura que se construye mediante el principio de máxima entropía. El objetivo del método será, por tanto, encontrar la solución al problema de minimización (Ver referencia [11]):

$$\min_{q \in X} \min_{\{w\} \in \mathbb{R}^N} \Phi(\bar{q}, T, \{w\}) \quad (15)$$

$$\Phi(\bar{q}, T, \{w\}) = F(\bar{q}, T, \{w\}) + \Phi^{ext}(\bar{q}) \quad (16)$$

con F la energía libre de Helmholtz. Para su resolución se aplicarán los tres mismos pasos descritos en el modelo estático: minimización condicionada, reglas de suma y refinamiento adaptativo.

4. ESTUDIO DE NANOCAVIDADES MEDIANTE LA TÉCNICA QC

Varios de los autores de este trabajo, realizaron, mediante el método de QC, estudios previos de nanoindentación [12], para medir el efecto del tamaño del indenter en oro, y de crecimiento de nanocavidades en aluminio [13,14], con el fin de estudiar su evolución. Todos estos trabajos se realizaron con el método de QC estático a temperatura cero. Era, por lo tanto necesario y de gran interés, ampliar estos trabajos teniendo en cuenta la nueva formulación del método a temperatura finita. Este es el objeto del estudio que se presenta, concretamente para el caso de los nanohuecos.

En este trabajo se han considerado metales fcc, en concreto Aluminio y Oro. Para la determinación de los detalles de análisis nos hemos centrados en el caso del aluminio. La celda de computación consiste en un cubo de tamaño $432a_0 \times 432a_0 \times 432a_0$ ($a_0=4.032 \text{ \AA}$), correspondiente a un tamaño aproximado de 0.2 micras, figura 3. El cubo se encuentra orientado en las direcciones de la red del cristal y el número de sitios de red es de $\sim 3.2 \times 10^8$. La nanocavidad va a estar situada en el centro de la caja de simulación con un radio inicial de aproximadamente 5 nm. La triangulación inicial se encuentra adaptada a la geometría del problema. En particular, la resolución atomística completa se ha introducido en una región cúbica de tamaño $16a_0 \times 16a_0 \times 16a_0$ alrededor de la cavidad. Fuera de esta región la triangulación va perdiendo refinamiento gradualmente. La estructura del mallado inicial se presenta en la figura 4. El número de nodos inicial, o átomos representativos, es de ~ 32000 nodos. El sistema se considera a temperatura ambiente con condiciones de contorno de superficie libre.

Datos experimentales recientes sugieren que la respuesta del material a un fuerte impacto es esencialmente volumétrica [15]. De acuerdo con estas conclusiones, la expansión de la cavidad se realiza mediante dilataciones puras sobre el exterior del contorno de la celda de simulación, de forma axial en las tres direcciones del cristal. Así, si ε es la deformación axial nominal impartida en la muestra, se

ha ido aumentando su valor desde $\varepsilon = 0$ hasta $\varepsilon = 10.5\%$ a incrementos de 0.1% . En cada paso de carga se obtiene una nueva configuración de equilibrio estable mediante la utilización de la variante de Polack-Ribiere del algoritmo de gradientes conjugados [16]. La malla se va adaptando para asegurar resolución atómica total para el estudio de las dislocaciones.

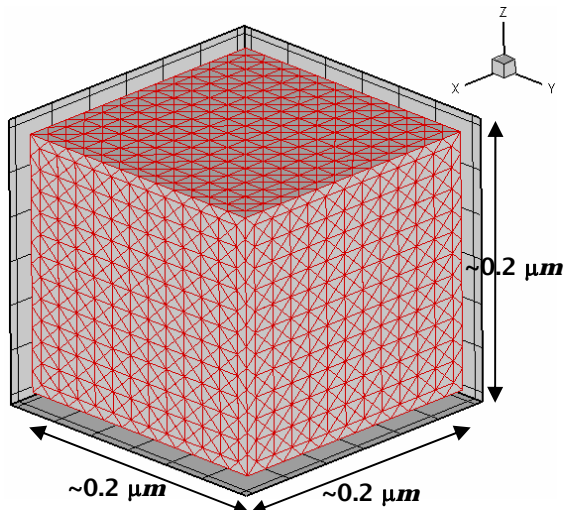


Figura 3. Geometría de la celda computacional y el mallado inicial.

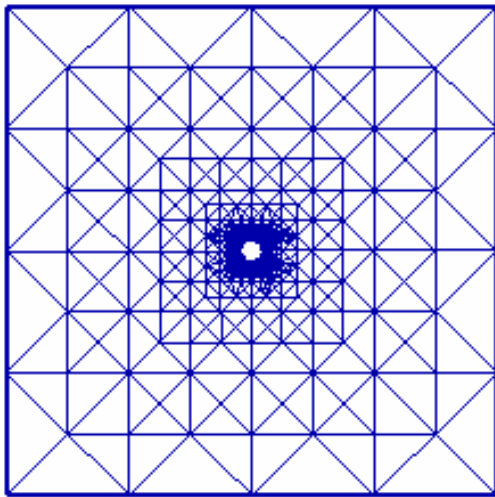


Figura 4. Sección de la estructura del mallado inicial para el caso de Aluminio y un hueco central de unos 5 nm de diámetro.

Los resultados del código de QC que van a ser de interés en este estudio de evolución de los huecos consisten en; por un lado, la curva de presión en función de la deformación volumétrica ($p - \varepsilon_v$), con $\varepsilon_v = (1 + \varepsilon)^3 - 1$ y la presión calculada de las fuerzas externas que actúan en el contorno del dominio computacional, y por otro lado, la curva de crecimiento normalizado del hueco en función de la deformación volumétrica ($\Delta V_v -$

ε_v). La figura 5 presenta estas curvas para el caso del Aluminio en QC estático.

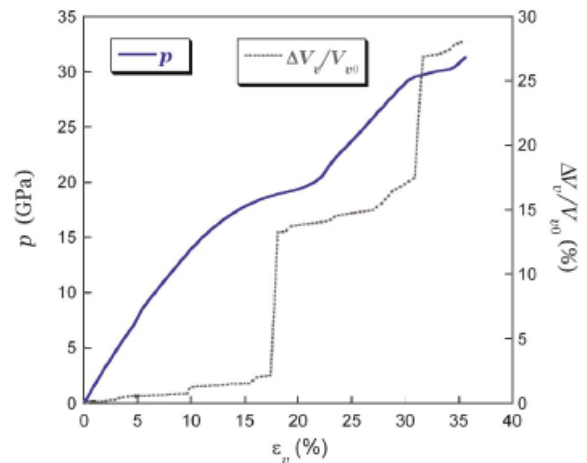


Figura 5. Curvas presión y variación de volumen en función de la deformación volumétrica calculadas mediante QC para una cavidad de 5nm en Al.

Con el fin de identificar los defectos en el cristal y conocer así los mecanismos de crecimiento, se va a emplear el parámetro de desviación del centro de simetría [17]. Para el átomo central de una dislocación parcial en Al el parámetro de desviación es 2.1 \AA^2 , entre 5 y 20 \AA^2 para el caso de apilamiento de defectos y 24 \AA^2 para una superficie libre $\{111\}$.

Esto nos va a dar los diferentes caminos de transición que llevan al crecimiento de las cavidades en un material fcc.

5. CONCLUSIONES

En este trabajo se han descrito los aspectos fundamentales de la técnica Cuascontinuo de modelización multiescala en tres dimensiones en la que conviven dominios atómico y continuo. Posteriormente se ha expuesto la formulación del mismo para la consideración de temperatura finita en el sistema a estudiar.

También se han presentado los fundamentos para la aplicación de esta técnica al estudio del comportamiento y crecimiento de nanocavidades, cruciales en el mecanismo de fractura dúctil a temperatura finita de materiales metálicos.

En un trabajo futuro se va a ampliar el estudio a otros materiales con estructura bcc, concretamente tántalo.

AGRADECIMIENTOS

Este trabajo ha sido posible gracias a los fondos del proyecto P06-TEP-010514 concedido por la Consejería de Innovación, Ciencia y Empresa de la Junta de Andalucía.

REFERENCIAS

- [1] Hai, Q., Enoki, M., Hiraoka, K., and Kishi, T., *Effect of pre-strain on fracture toughness of ductile structural steels under static and dynamic loading*, Engineering fracture mechanism vol.72 n°10 (2005), pp. 1624-1633.
- [2] Bai, Y., Dodd, B., *Adiabatic shear localization*. New York Press, 1992.
- [3] Belak, J., *On the nucleation and growth of voids at high strain-rates*, Journal of Computer-Aided Materials Design, 5 (1993) pp. 193-206.
- [4] Strachan, A., Cagin, T., and Goddard, W., *Critical behavior in spallation failure of metals*, Physical Review B 63 (2001) pp 060103-1-4.
- [5] Rudd, R. E., and Belak, J., *Void Nucleation and Associated Plasticity in Dynamic Fracture of Polycrystalline Copper: An atomistic simulation*, Comput. Mater. Sci. 24 (2002) pp. 148-153.
- [6] Rudd, R. E., Seppala, E. T., Dupuy, L. M., and Belak, J., *Void coalescence processes quantified through atomistic and multiscale simulation*, Journal of Computer-Aided Materials Design, 14 (2007) pp. 425-434.
- [7] Tadmor, E. B., Ortiz, M., Phillips, R., *Quasicontinuum analysis of defects in solids*, Philosophical Magazine 73 (1996) pp. 1529-1563.
- [8] Miller, R., Ortiz, M., Phillips, R., Shenoy, V. B., and Tadmor, E. B., *Quasicontinuum models of fracture and plasticity*, Engineering Fracture Mechanics, 61 (1998) pp. 427-444.
- [9] Shenoy, V. B., Miller, R., Tadmor, E. B., Rodney, D., Phillips, R., and Ortiz, M., *An Adaptive Finite Element Approach to Atomic-Scale Mechanics: The Quasicontinuum Method*, Journal of the mechanics and Physics of Solids 47 (1997) pp. 611-642.
- [10] Knap, J., and Ortiz, M., *An analysis of the quasicontinuum method*, Journal of the mechanics and Physics of Solids 49 (2001) pp. 1899-1923.
- [11] Kulkarni, Y., *Coarse-graining of atomistic description at finite temperature*, Ph.D. Thesis, 159 pag., CALTECH, Pasadena, California, USA, 2007.
- [12] Knap, J., and Ortiz, M., *Effect of Indenter-Radius Size on Au(001) Nanoindentation*, Physical Review Letters 90 n°22 (2003) pp. 226101-1-4.
- [13] Marian, J., Knap, J., and Ortiz, M., *Nanovoid cavitation by Dislocation Emission in Aluminium*, Physical Review Letters 93 n°16 (2004) pp. 165503-1-4.
- [14] Marian, J., Knap, J., and Ortiz, M., *Nanovoid deformation in Aluminium under simple shear*, Acta Materialia 53 (2005) pp. 2893-2900.
- [15] Loveridge-Smith, A. et al., *Anomalous Elastic Response of Silicon to Uniaxial Shock Compression on Nanosecond Time Scales*, Physical Review Letters 86 (2001) pp. 2349-2352.
- [16] Press, W., Vetterling, W., Teutolsky, S., and Flannery, B., *Numerical Recipes C++*, Cambridge University Press, Cambridge 2002, 2nd Edition.
- [17] Kelchner, C. L., Plimpton, S. J., Hamilton, J. C., *Dislocation nucleation and defect structure during surface indentation*, Physical Review B 58 (1998) pp. 11085.-11088.

PROPIEDADES TERMO-ELÁSTICAS Y DE FRACTURA DE DIVERSAS ESTRUCTURAS DE CARBONO SIMULADAS MEDIANTE DINÁMICA MOLECULAR

A. Luque, J. Aldazabal, J.M. Martínez-Esnaola, J. Gil Sevillano

Departamento de Materiales, CEIT y Tecnun (Universidad de Navarra),
Paseo de Manuel Lardizábal, 15. 20018 San Sebastián. España
E-mail: aluque@ceit.es

RESUMEN

En este trabajo hemos investigado el comportamiento termo-elástico y a fractura del carbono en las configuraciones de diamante, grafeno y nanotubos (CNT). El interés de este material reside en sus aplicaciones potenciales, desde dispositivos NEMS hasta la tecnología de fusión nuclear. Las simulaciones realizadas se basan en la Dinámica Molecular y consisten en la relajación y posterior tracción de las estructuras de carbono consideradas. Se ha usado el potencial de Tersoff, que permite considerar los enlaces covalentes formados entre los átomos de carbono. Para considerar el efecto de la temperatura se ha implementado el termostato de Nosé-Hoover. A partir de estas simulaciones hemos analizado el coeficiente de dilatación, la dependencia térmica del módulo elástico en las distintas orientaciones estudiadas y de la respuesta tensión-deformación, hasta la fractura del material. Con el formalismo empleado, se reproducen las propiedades termo-mecánicas del diamante. Las tensiones máximas observadas están determinadas por el proceso de nucleación de grieta. El grafeno y los CNTs muestran un comportamiento frágil. Además, se ha observado un efecto de tamaño en la tensión máxima que soportan los nanotubos.

ABSTRACT

We have investigated the thermo-elastic and fracture behaviour of carbon in three different arrangements: diamond, graphene and nanotubes (CNT). The interest of this material lies in its potential applications, from NEMS devices to the nuclear fusion technology. The performed simulations are based on the Molecular Dynamics technique. They consist of the relaxation and latter tensile testing of the different carbon structures analysed. The covalent bonding between carbon atoms is accounted for using Tersoff's potential. To consider the effect of temperature, the Nosé-Hoover thermostat has been implemented. We have analysed the thermal expansion coefficient, the thermal dependence of elastic modulus along different orientations and of the stress-strain response, up to the fracture of the material. The thermo-mechanical properties of diamond are well reproduced using Tersoff's formalism. The maximum tensile strengths are determined by the crack nucleation process. Graphene and the CNTs show a brittle fracture behaviour. A size effect has been observed in the maximum tensile stress of the nanotubes.

PALABRAS CLAVE: Dinámica Molecular, carbono, nanotubo, comportamiento termomecánico.

1. INTRODUCCIÓN

El desarrollo de la Nanotecnología requiere investigar el comportamiento mecánico de nanovolúmenes, es decir, la Nanomecánica. Esto es debido a que, a escalas por debajo de la micra, los fenómenos y los mecanismos observados dependen del tamaño [1]. En algunos casos, las desviaciones respecto al comportamiento macroscópico son muy importantes.

Uno de los materiales más importantes para las aplicaciones nanotecnológicas es el carbono. Esto es debido a sus excelentes propiedades mecánicas, térmicas y eléctricas. Podemos encontrar este elemento adoptando distintas estructuras y formando parte de dispositivos nanoelectro-mecánicos, aplicaciones de tipo nanotribológico, usos médicos y biológicos, e

incluso en la tecnología de fusión nuclear. Tanto solo como en compuestos (SiC) e intercalados (Cu/C), el carbono tiene un claro interés tecnológico.

El carbono puede presentarse según cuatro distintas estructuras, además del carbono amorfo. El grafeno (ver Fig. 1) es una lámina plana de átomos de C con enlaces sp^2 , cuya orientación se caracteriza por el vector de quiralidad, C_h , definido por

$$C_h = na_1 + ma_2 \quad (1)$$

donde a_1 y a_2 son los vectores unitarios de la red del grafeno (de módulo ~ 0.241 nm), y n y m son dos valores enteros. Si C_h es igual a $(n,0)$, se dice que el grafeno es de tipo "zigzag"; si es igual a (n,n) , se dice que es de tipo "armchair" [2].

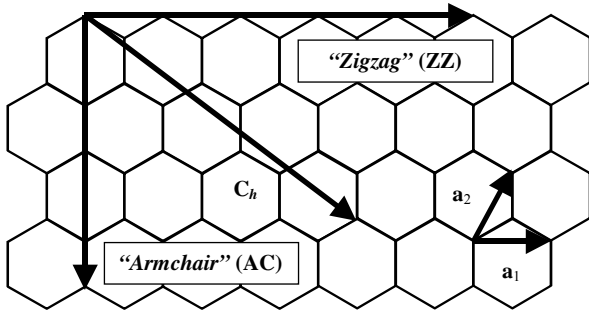


Figura 1. Diagrama de una lámina de grafeno, en el que se muestra el sentido de la quiralidad, C_h , y las estructuras "zigzag" y "armchair".

Cuando se enrolla una única lámina de grafeno, se obtiene un nanotubo (monopared). Si el grafeno consigue cerrarse completamente sobre sí mismo, da lugar a los fullerenos ("Buckyballs"), que no analizaremos aquí.

Cuando se apilan varias de estas láminas, dejando que entre ellas actúen únicamente las fuerzas de van der Waals (la distancia entre planos, h , es entonces ~ 0.335 nm), el material que se obtiene es grafito [3], del que tampoco haremos ningún comentario en este trabajo.

Si los átomos de carbono constituyen una red cristalina tridimensional de enlaces de tipo sp^3 , el material resultante es el diamante [4]. En este caso, se trata de dos estructuras de carbono de tipo FCC desplazadas entre sí ($1/4, 1/4, 1/4$) veces el parámetro de red, de valor ~ 0.346 nm [5].

2. TÉCNICA DE SIMULACIÓN

Las simulaciones de este trabajo están basadas en la Dinámica Molecular (MD). Esta técnica es capaz de modelizar las propiedades de los materiales y ayuda a comprender su comportamiento mecánico.

2.1. Formalismo de Tersoff

Basándose en la MD, Tersoff desarrolla el concepto de "orden de enlace" [6]. Según este concepto, los propios enlaces son relevantes en el cómputo de las energías y, por tanto, de las fuerzas entre átomos. Recíprocamente, la presencia de un átomo y sus vecinos afecta a la fuerza del enlace.

Según este formalismo, el potencial interatómico, V_{ij} , está formado por una parte repulsiva, f_R , y otra atractiva, f_A , ambas de tipo exponencial y afectadas por una función de corte, f_C , que vale cero si la distancia entre dos átomos, r_{ij} , es mayor de 0.21 nm.

$$V_{ij} = f_C(r_{ij}) [f_R(r_{ij}) + b_{ij} f_A(r_{ij})] \quad (2)$$

donde b_{ij} es un término que recoge el efecto de los átomos que rodean tanto a i como a j , a través del

ángulo, θ_{ijk} , formado por esos átomos.

Aunque inicialmente este formalismo se aplicó a carbono, silicio o germanio en sus estructuras de tipo diamante, en seguida aparecieron variantes que, modificando la forma de b_{ij} , permiten considerar otras estructuras. Es el caso del formalismo de Tersoff-Brenner, para los CNTs [7].

2.2. Características técnicas de las simulaciones

A partir del potencial de Tersoff, se calculan las fuerzas entre los átomos de una configuración dada. Las nuevas posiciones de estos átomos se obtienen mediante la integración de las correspondientes ecuaciones de movimiento [8]. Para este fin, se emplea el algoritmo de Verlet modificado, con un incremento de tiempo, Δt , igual a 0.5×10^{-15} s, suficientemente pequeño para que las predicciones tengan validez.

Para introducir el efecto de la temperatura, se ha empleado el algoritmo termostático de Nosé-Hoover [9,10]. Este método de control de temperatura actúa sobre las velocidades de los átomos en cada etapa de simulación. Esto se realiza modificando la aceleración de cada uno de los átomos en una cantidad, Δa_i , que depende de la diferencia de energía cinética que tiene el sistema, K , respecto de la que debería tener a la temperatura objetivo, T_0 , como se muestra en la Ec. 3.

$$\Delta a_i \propto Q_{NH} [2K - (3N + 1) k_B T_0] \quad (3)$$

donde N es el número de átomos del sistema y k_B es la constante de Boltzmann. Para implementar este termostato, es necesario introducir un parámetro, Q_{NH} , al que se le ha dado el valor de 5×10^{-3} 1/Js².

3. RESULTADOS Y DISCUSIÓN

Se presentan los resultados obtenidos a partir de ensayos virtuales de tracción de probetas de carbono estructurado como diamante, grafeno y CNTs. En primer lugar, las probetas construidas artificialmente se someten a un proceso de relajación de tensiones, de 12.5×10^{-12} s de duración, a las temperaturas especificadas más adelante. El proceso de tracción tiene lugar bajo control de desplazamiento, imponiendo incrementos, Δl , de 5×10^{-15} m en cada extremo de la probeta por cada etapa de cálculo. En ambos casos, los átomos de los extremos de la probeta tienen impedido su movimiento fuera del eje de tracción. El resto de átomos puede moverse libremente. Además, las superficies son también libres.

3.1. Diamante

Se han realizado simulaciones de dos orientaciones del diamante: una en la que el eje de tracción coincide con la dirección $\langle 001 \rangle$ del cristal, y otra en la que coincide con la $\langle 111 \rangle$ (Fig. 2). Las dimensiones de la primera

probeta son $1.79 \times 1.79 \times 1.79 \text{ nm}^3$ (1000 átomos) y $2.64 \times 1.52 \times 1.81 \text{ nm}^3$ (~1300 átomos) las de la segunda. Para las dos orientaciones, se han establecido tres temperaturas objetivo: 100 K, 300 K y 1000 K.

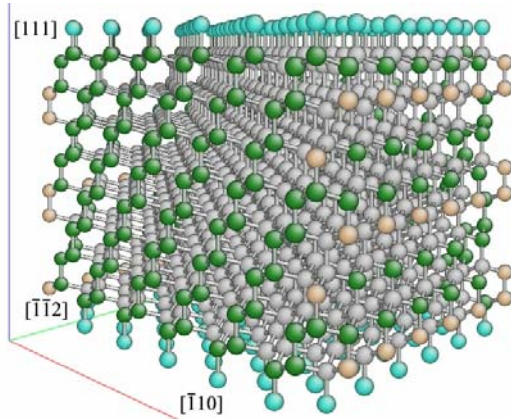


Figura 2. Vista en perspectiva de la probeta de diamante con la dirección $\langle 111 \rangle$ coincidente con el eje de tracción, antes del proceso de relajación.

El primer resultado obtenido tiene que ver con el coeficiente de expansión térmica del diamante, α . Por efecto combinado de la temperatura y de la presencia de superficies libres [11], las probetas cambian de dimensiones, como se ve en la Fig. 3. Al comparar las diferencias dimensionales a distintas temperaturas en la misma probeta, se puede obtener el parámetro α . Para la probeta orientada según $\langle 001 \rangle$, α vale $4.6 \times 10^{-6} \text{ K}^{-1}$, y para la orientada según $\langle 111 \rangle$, α vale $8.6 \times 10^{-6} \text{ K}^{-1}$. Estos valores están en la línea de los valores experimentales recogidos en la bibliografía (de $0.18 \times 10^{-6} \text{ K}^{-1}$ a $11.4 \times 10^{-6} \text{ K}^{-1}$ entre 100 K y 1000 K, respectivamente [12]).

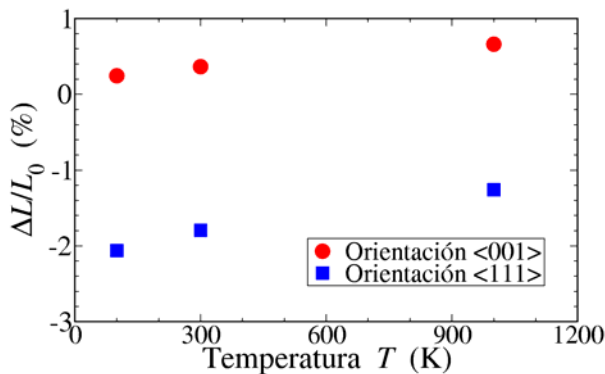


Figura 3. Variación relativa de la longitud de la probeta de diamante, durante la etapa de relajación, para dos orientaciones ($\langle 001 \rangle$ y $\langle 111 \rangle$) y distintas temperaturas.

La Fig. 4 recoge las curvas de tensión-deformación resultantes de los ensayos virtuales de tracción de las probetas de diamante. Se ha calculado el módulo elástico aparente, E , en las dos orientaciones estudiadas, así como la tensión máxima, σ_{\max} , a la que se produce el inicio de la fractura en las probetas.

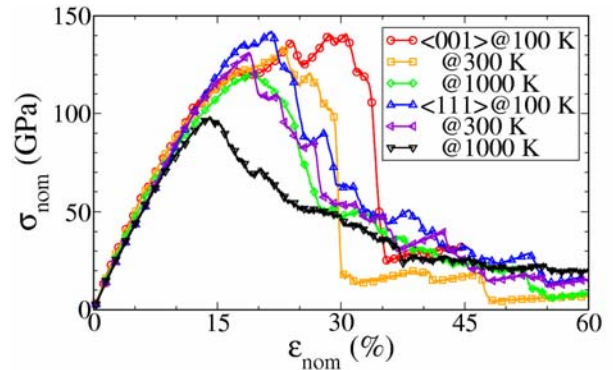


Figura 4. Curvas de tensión-deformación nominal de las distintas probetas de diamante.

Como se puede ver en la Fig. 5, la dependencia de los valores de E con la temperatura es pequeña, lo que indica la elevada estabilidad del diamante. Los valores de módulo elástico calculados están alrededor de 1 TPa, siendo el correspondiente a la orientación $\langle 001 \rangle$ mayor que el de la orientación $\langle 111 \rangle$, frente a los valores experimentales: 1 TPa para la orientación $\langle 001 \rangle$ y 1.2 TPa para la orientación $\langle 111 \rangle$ [13]. Las condiciones de contorno impuestas a estas probetas no son de tracción simple. Probablemente esto explica que la anisotropía aparente obtenida sea opuesta a la del diamante monocristalino en deformación libre. Simulaciones realizadas con menores restricciones en los extremos predicen, para muy pequeñas deformaciones elásticas, un coeficiente de anisotropía elástica de alrededor de 1.

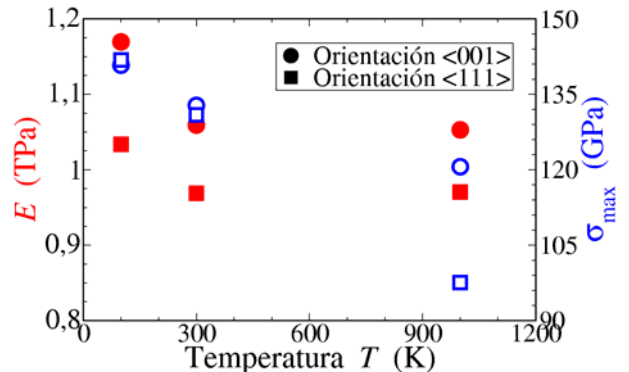


Figura 5. Valores de módulo elástico aparente, E (símbolos llenos), y tensión máxima, σ_{\max} (símbolos vacíos), medidos para las distintas probetas de diamante.

Las tensiones máximas registradas son muy similares para ambas orientaciones (135 GPa a 300 K, al igual que en simulaciones de otros autores [14]). Sin embargo, la dependencia de este parámetro con la temperatura es mucho más fuerte que para E . Como se observa en la Fig. 5, hay una reducción del 30% en σ_{\max} al pasar de 100 K a 1000 K, en la orientación $\langle 111 \rangle$. Como se muestra en la Fig. 4, aunque los valores de tensión sean similares a 100 K y 300 K, el comportamiento de fractura de las probetas es diferente. Mientras que en las probetas orientadas según la dirección $\langle 001 \rangle$ se observa una fractura de tipo frágil (ver Fig. 6), asociada a una caída brusca de la tensión,

en las probetas orientadas según $\langle 111 \rangle$, la fractura parece tener un comportamiento de tipo “daño progresivo”.

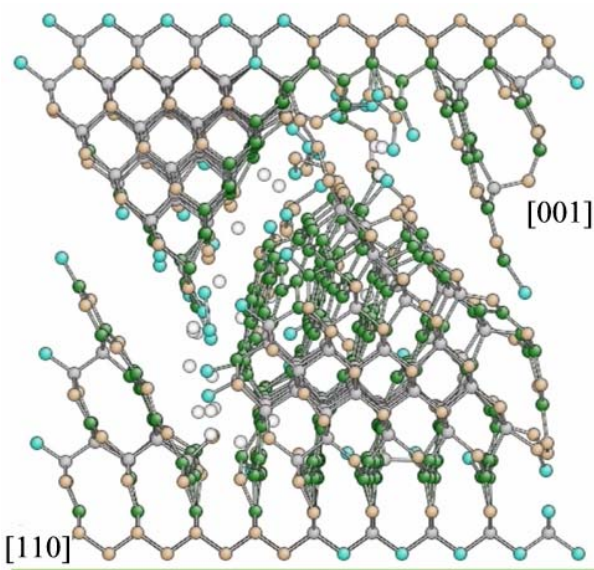


Figura 6. Vista lateral de la probeta de diamante con la dirección $\langle 001 \rangle$ coincidente con el eje de tracción, simulada a 100 K, que muestra la zona donde ha tenido lugar la fractura por clivaje ($\epsilon_{\text{nom}} = 35\%$).

3.2. Grafeno

Se han realizado simulaciones de tracción en las dos orientaciones más representativas del grafeno: la “zigzag” (ZZ) y la “armchair” (AC). Las dimensiones de las láminas son $5.92 \times 5.13 \text{ nm}^2$ (~ 1000 átomos), aunque el ancho y el alto se alternan en las estructuras ZZ y AC. Para calcular las tensiones de tracción en las probetas, se ha tomado un espesor de lámina igual al espaciado interplanar en el grafito, es decir, 0.335 nm. Se han llevado a cabo 3 simulaciones: dos con la estructura ZZ, a 100 K y 1000 K, y una con la estructura AC, a 100 K.

La Fig. 7 recoge las curvas de tensión-deformación resultantes de los ensayos virtuales de tracción de las láminas de grafeno.

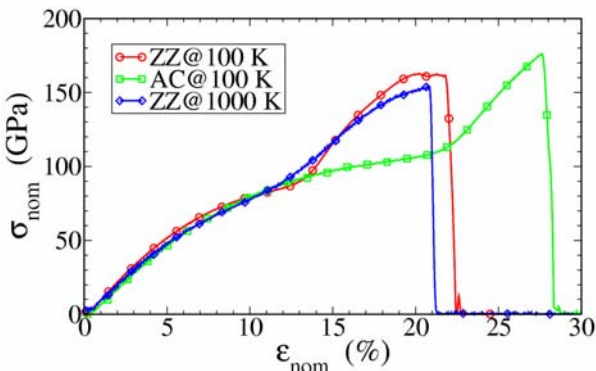


Figura 7. Curvas de tensión-deformación nominal de las distintas probetas de grafeno.

Como se puede ver en esta figura, el valor de módulo elástico depende muy débilmente tanto del tipo de estructura, como de la temperatura, situándose alrededor de 1 TPa, nuevamente. Cabe señalar el aumento de rigidez observado con $\epsilon_{\text{nom}} = 12\%$ en la probeta ZZ y con $\epsilon_{\text{nom}} = 22\%$ en la AC. Esto es un artefacto que proviene precisamente de la forma que toma la función b_{ij} en el formalismo de Tersoff [6], y que también ha sido observado por otros autores [15].

En cuanto a la fractura de estas probetas, las tensiones máximas registradas son $\sim 160 \text{ GPa}$ (ver Fig. 7). El incremento de la temperatura en la simulación de la probeta ZZ reduce sólo muy ligeramente el valor de σ_{max} . Por el contrario, la probeta AC no sólo muestra un incremento en este parámetro, sino que además la deformación que inicia la fractura también es mayor. La fractura es de tipo frágil, con un aspecto de la zona de fractura como el mostrando en la Fig. 8.

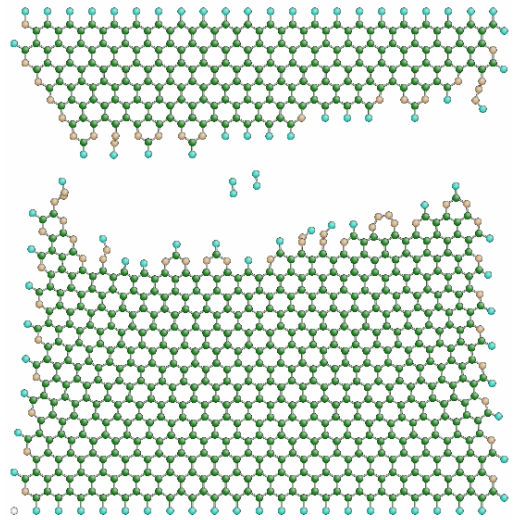


Figura 8. Lámina de grafeno de estructura “zigzag” (ZZ), simulada a 100 K, una vez que ha tenido lugar la fractura por clivaje ($\epsilon_{\text{nom}} = 25\%$).

El hecho de que el valor de σ_{max} sea tan consistente tanto en estas simulaciones como en las llevadas a cabo con diamante, hay que atribuirlo a que la fractura está determinada por la nucleación de una grieta en las superficies libres de las probetas.

3.3. Nanotubos de carbono (CNT)

Se han generado CNTs a partir de láminas de grafeno con estructura ZZ y AC, de longitud 5.13 nm y 5.92 nm, respectivamente. Se han realizado un total de siete simulaciones, con variaciones de la estructura, la temperatura y el diámetro, D , del nanotubo. Se ha comprobado el efecto de la estructura con sendas simulaciones a 100 K ($D = 1.88 \text{ nm}$ para la estructura ZZ y $D = 1.63 \text{ nm}$ para la estructura AC). El efecto de la temperatura se ha observado realizando dos nuevas simulaciones con CNTs de estructura ZZ, a 1000 K y 3000 K. Finalmente, la dependencia de la respuesta mecánica con el diámetro se ha estudiado mediante tres

nuevas simulaciones con CNTs de estructura ZZ, a 100 K, con D igual a 0.69 nm, 0.94 nm y 1.37 nm.

La Fig. 9 muestra las curvas de tensión-deformación obtenidas en los distintos ensayos virtuales de tracción de los CNTs. Cabe señalar que, en el caso de los nanotubos de carbono, se ha considerado más realista el empleo de la sección total del mismo ($=\pi D^2/4$), frente a su sección real ($=\pi Dh$), para el cálculo de σ_{nom} . Otros autores se decantan por esa segunda opción [1,16].

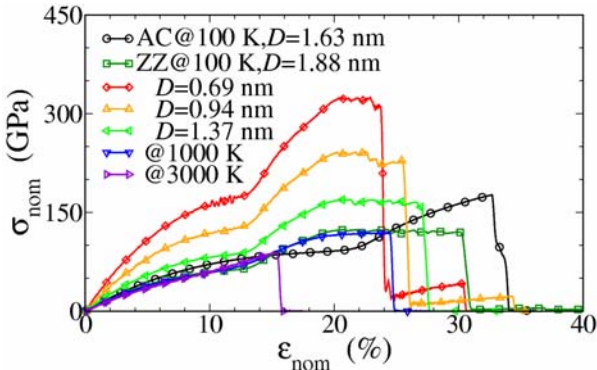


Figura 9. Curvas de tensión-deformación nominal de los distintos nanotubos de carbono.

Las estructuras ZZ y AC en los CNTs tienen comportamientos similares a los observados en las láminas de grafeno (ver Fig. 7). Sin embargo, es interesante la elevada deformación a tensión constante que puede soportar la estructura ZZ antes de romper. Las diferencias más notables con respecto al grafeno aparecen en la deformación máxima, ϵ_{max} , a la que tiene lugar la fractura. Para ambas estructuras es mayor en el caso de los CNTs, como se recoge en la Fig. 10.

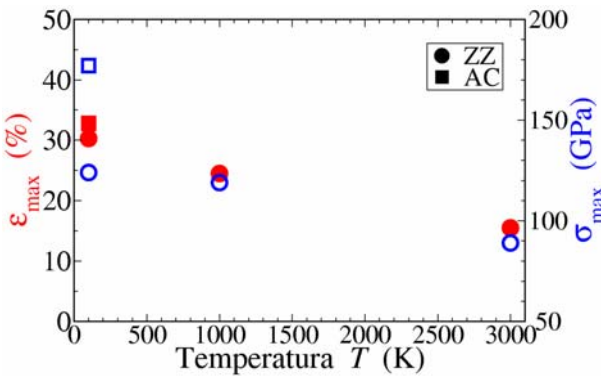


Figura 10. Valores de deformación máxima, ϵ_{max} (símbolos llenos), y tensión máxima, σ_{max} (símbolos vacíos), medidos para los CNTs de diferente estructura y a distintas temperaturas.

El efecto de la temperatura sobre el comportamiento mecánico de los CNT de estructura ZZ es el de reducir los valores de ϵ_{max} y σ_{max} a los que tiene lugar la fractura, como se observa en las Figs. 9 y 10. A diferencia de lo que ocurre experimentalmente, donde los CNTs (o el diamante) presentan defectos, la etapa determinante del proceso de fractura es la nucleación de

una grieta en la superficie del nanotubo (de nuevo, $\sigma_{max} \cong 150$ GPa a 100 K vs. 13 GPa – 52 GPa [17]). Al aumentar T_0 , la energía cinética de los átomos es mayor. El enlace entre ellos es más débil y la grieta se genera más fácilmente.

En cuanto al efecto del diámetro de los CNTs, se observa en la Fig. 9 que la reducción del parámetro D conlleva un aumento de la tensión máxima que el nanotubo puede soportar antes de la fractura. Es decir, hay un claro efecto tamaño. En contrapartida, la deformación máxima disminuye conforme D disminuye. Se puede observar en la Fig. 11 que tanto ϵ_{max} como σ_{max} están bien correlacionados con el diámetro. El comportamiento de ϵ_{max} con D puede estar justificado por la curvatura del CNT. Cuanto menor es D , mayor es la proximidad de dos enlaces de carbono, lo cual debilita dicho enlace. Esto hace que sea más fácil generar una grieta en la superficie del nanotubo.

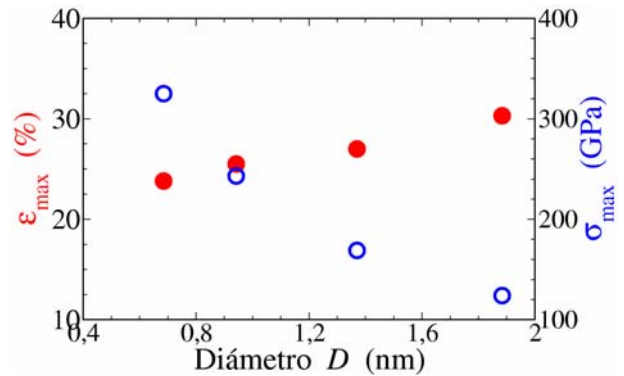


Figura 11. Valores de deformación máxima, ϵ_{max} (símbolos llenos), y tensión máxima, σ_{max} (símbolos vacíos), para CNTs de estructura “zigzag” de diferente diámetro a 100 K.

Finalmente, la Fig. 12 muestra el proceso de fractura del nanotubo de estructura AC.

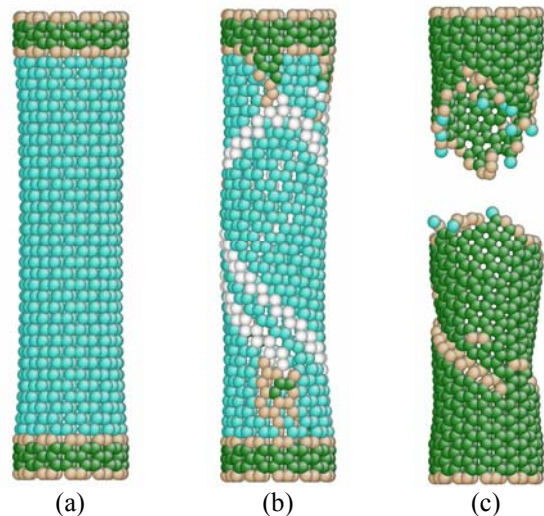


Figura 12. Fractura del CNT de estructura “armchair” (AC), simulada a 100 K, en tres estadios diferentes: (a) $\epsilon_{nom} = 31.8\%$, (b) $\epsilon_{nom} = 33.1\%$ y (c) $\epsilon_{nom} = 34.4\%$.

Cabe destacar la aparición de unas bandas (de cortadura) a 45° respecto de la dirección de tracción (coincidentes con la orientación “zigzag”). Son enlaces débiles que dan lugar a defectos de coordinación y a la nucleación de grieta.

4. CONCLUSIONES

La primera conclusión de este trabajo es que el formalismo de Tersoff es adecuado para la simulación de los enlaces C-C con dinámica molecular. Se ha comprobado que es capaz de reproducir el comportamiento termo-mecánico del diamante. Los valores de coeficiente de dilatación térmica, así como los valores de módulo elástico, obtenidos a partir de las distintas simulaciones, coinciden aceptablemente con los recogidos en la bibliografía.

En cuanto a la fractura, los valores máximos de tensión alcanzados son ligeramente mayores que los observados experimentalmente, pero están en línea con los resultados obtenidos mediante otros formalismos y potenciales. Esto es debido a la ausencia de defectos en las estructuras simuladas, que dificulta la nucleación de grietas.

En el diamante, el formalismo de Tersoff es capaz de mostrar un comportamiento de fractura frágil en las probetas orientadas según $\langle 001 \rangle$. Para el grafeno y los distintos CNTs, el comportamiento frágil se ha observado en todos los casos. Al comparar la deformación máxima antes de la fractura, se han registrado valores mayores para orientación “armchair” que para la “zigzag”. Sin embargo, en el caso del nanotubo de estructura “armchair”, el fallo se produce a través de una banda formada por enlaces débiles, que coincide con la orientación “zigzag”.

Finalmente, en términos de tensión máxima de fractura, se observa un claro aumento al disminuir el diámetro de los CNTs de estructura “zigzag”. Esto se acompaña de una disminución de la deformación máxima al reducir el diámetro del nanotubo. Esto puede estar asociado a la curvatura del CNT y, por tanto, a la proximidad entre dos enlaces C-C.

AGRADECIMIENTOS

Los autores desean agradecer al Departamento de Industria, Comercio y Turismo del Gobierno Vasco y al Departamento de Innovación y la Sociedad del Conocimiento de la Diputación Foral de Gipuzkoa, la financiación parcial de este trabajo a través del proyecto de investigación Saiotek NANOTRÓN, así como al Departamento de Industria, Comercio y Turismo del Gobierno Vasco a través del proyecto UET 1210/06.

A. Luque agradece también la financiación y la cofinanciación de su contrato a cargo del Programa

Torres Quevedo del Ministerio de Educación y Ciencia, y del Fondo Social Europeo, respectivamente.

REFERENCIAS

- [1] Zhang H.W., Wang J.B., Guo X., “Predicting the elastic properties of single-walled carbon nanotubes”, *J. Mech. Phys. Solids*, 53, 1929-1950 (2005).
- [2] Sammalkorpi M., *Molecular Dynamics Simulations of Strained and Defective Carbon Nanotubes*, Ph.D. Thesis, Helsinki University of Technology (Finlandia), 2004.
- [3] Gogotsi Y., *Carbon Nanomaterials*, CRC Press, Boca Raton (EE.UU.), 2006.
- [4] Hosford W.F., *Materials Science: an Intermediate Text*, Cambridge University Press, Nueva York (EE.UU.), 2007.
- [5] Loisea A., Lannois P., Petit P., Roche S., Salvétat J.-P., *Understanding Carbon Nanotubes : from Basic to Application*, Springer, Heidelberg (Alemania), 2006.
- [6] Tersoff J., “New empirical approach for the structure and energy of covalent systems”, *Phys. Rev. B*, 37, 6991-7000 (1988).
- [7] Brenner D.W., “Empirical potential for hydrocarbons for use in simulating the chemical vapor deposition of diamond films”, *Phys. Rev. B*, 42, 9458-9471 (1990).
- [8] Raabe D., *Computational Materials Science*, Wiley-VCH, Berlín (Alemania), 1998.
- [9] Nosé S., “A unified formulation of the constant temperature molecular dynamics methods”, *J. Chem. Phys.*, 81, 511 (1984).
- [10] Hoover W.G., “Canonical dynamics: equilibrium phase-space distributions”, *Phys. Rev. A*, 31, 1695 (1985).
- [11] Diao J., Gall K., Dunn M.L., “Surface-stress-induced phase transformation in metal nanowires”, *Nature Materials*, 2, 656-660 (2003).
- [12] Mantell C.L., *Industrial Carbon: its Elemental, Adsorptive and Manufactured Forms*, D. van Nostrand Comp. Inc., Filadelfia (EE.UU.), 1947.
- [13] McSkimin H.J., Andreatch P., Jr., “Elastic moduli of diamond as a function of pressure and temperature”, *J. Applied Phys.*, 43, 2944-2948 (1972).
- [14] Sheb L., Chen Z., “A study of the loading path and crystal orientation effects on size-dependent limit strength”, *Eng. Fract. Mech.*, 74, 1190-1202 (2007).
- [15] Kang K., Cai W., “Brittle and ductile fracture of semiconductor nanowires – molecular dynamics simulations”, *Philosophical Magazine*, 87, 2169-2189 (2007).
- [16] Jeong B.-W., Lim J.-K., Sinnott S.B., “Multiscale-failure criteria of carbon nanotube systems under biaxial tension-torsion”, *Nanotechnology*, 18, 485715-485721 (2007).
- [17] Ruoff R.S., Calabri L., Ding W., Pugno N.M., “Experimental tests on fracture strength of nanotubes”, *Rev. Adv. Mat. Sci.*, 10, 110-117 (2005).

EFFECTO DE LA FRICCIÓN SOBRE LA SOLUCIÓN ELÁSTICA DE UNA GRIETA CIRCULAR EN LA INTERFASE ENTRE DOS SEMIESPACIOS

E. Graciani¹, V. Mantić¹, F. París¹

¹ Grupo de Elasticidad y Resistencia de Materiales (Universidad de Sevilla),
Escuela Técnica Superior de Ingenieros, Camino de los Descubrimientos s/n, 41092 Sevilla. España
E-mail: graciani@esi.us.es, mantic@esi.us.es, paris@esi.us.es

RESUMEN

Se estudia la solución elástica en el entorno de una grieta circular en la interfase entre dos materiales sometida a una carga de tracción. Siguiendo el enfoque de Comninou, se supone la existencia de una zona de contacto junto al vértice de la grieta y se estudia de forma paramétrica el efecto que tiene la fricción en dicha zona sobre los distintos aspectos de la solución elástica. Para el análisis se emplea una formulación del Método de Elementos de Contorno para problemas de contacto con simetría axial. Dentro del rango de parejas de materiales en los que la zona de contacto es detectable numéricamente, los resultados muestran el efecto de la fricción en el comportamiento asintótico de las tensiones y los desplazamientos, en el tamaño de la zona de contacto, en el factor de intensificación de tensiones y en la tasa de liberación de energía durante el crecimiento de la grieta.

ABSTRACT

The elastic solution in the vicinity of a penny-shape crack at a bi material interface under tensile loading is analyzed. Following the approach proposed by Comninou, a near-tip contact zone is assumed and a parametric analysis is carried out to elucidate the effect induced by the friction along the contact zone on different features of the elastic solution. Analysis is carried out using a Boundary Element formulation for axi-symmetric contact problems. Within the range of bi-material pair for which the near-tip contact zone is numerically detectable, results show the effect of friction in the asymptotic behaviour of near-tip stresses and displacements, the size of the contact zone, the stress intensity factor and the energy release rate associated to crack propagation.

PALABRAS CLAVE: Grieta circular, Grieta de interfase, Fricción.

1. INTRODUCCIÓN

A la hora de modelar el comportamiento de las grietas de interfase existen dos enfoques alternativos: el de Williams, que supone una grieta libre de tensiones en las caras de la misma [1], y el de Comninou, que predice la presencia de una zona de contacto en el entorno del vértice de la grieta [2,3]. La solución obtenida con el enfoque de Williams predice la existencia de infinitas zonas de interpenetración entre los labios de la grieta que se extienden hasta una distancia del vértice de la grieta similar a la zona de contacto que aparece en la solución obtenida con el enfoque de Comninou [4].

El problema de una grieta circular en la interfase entre dos materiales, de comportamiento elástico lineal isótropo, sometida a un campo lejano de tracción uniforme, es un problema clásico del análisis de grietas de interfase, que ha sido estudiado por diversos autores [5,6]. En estos trabajos, bien se ha empleado el enfoque de Williams [5] o bien se ha empleado el enfoque de Comninou, despreciando el efecto de la fricción en la zona de contacto que aparece en el entorno del vértice de la grieta [6].

En el presente trabajo se analiza la influencia que tiene la fricción entre las caras de la grieta dentro de la zona de contacto en la solución obtenida en el entorno del vértice de la grieta. Obviamente, si se pretende estudiar el efecto que produce la fricción entre las caras de la grieta en la solución elástica en el entorno del vértice de la fisura, es obligado emplear el enfoque de Comninou, ya que el de Williams ignora la zona de cierre de grieta.

Según Comninou [3] la existencia de fricción entre las caras de la grieta cambia el comportamiento asintótico de la solución en el entorno del vértice de la fisura, de forma que la singularidad en tensiones tangenciales por delante del fondo de grieta deja de ser de orden 0.5 y pasa a ser de un orden ligeramente inferior, el cual viene determinado por el coeficiente de fricción entre las caras de la grieta y las propiedades elásticas de los materiales a ambos lados de la misma.

En lo que sigue se hará una breve descripción del problema analizado y de la solución obtenida para distintas combinaciones de materiales y distintos valores del coeficiente de fricción en la interfase. Al mostrar la solución se hará especial énfasis en describir el efecto

de la fricción en el comportamiento asintótico de los desplazamientos y las tensiones en el entorno del vértice de la grieta, en el tamaño de la zona de contacto que aparece, en el factor de intensificación de tensiones y en la tasa de energía liberada durante la propagación de la grieta.

2. DESCRIPCION DEL PROBLEMA

La configuración del problema es la mostrada en la figura 1(a), en la cual se muestra la sección radial de la grieta circular situada en el centro de la interfase entre dos cilindros unidos por sus bases. Para minimizar los efectos de borde, se han considerados unas dimensiones $b = h = 100a$ para ambos cilindros. Las condiciones de contorno prescriben una tracción uniforme σ_0 actuando sobre las caras superior e inferior del conjunto y tensiones nulas en el resto de las caras.

Se permite el contacto con fricción entre las caras de la grieta y se considera que en la zona no dañada es una interfase perfecta.

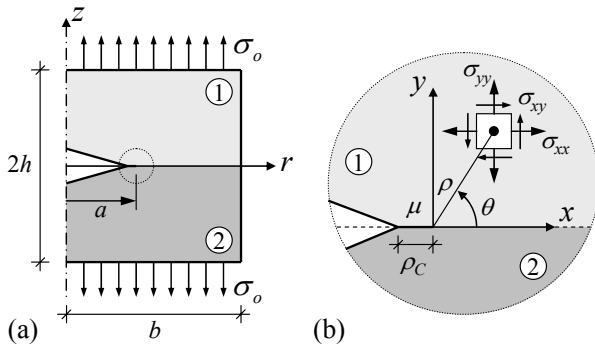


Figura 1. Geometría del problema: (a) dimensiones; (b) coordenadas locales en el entorno del vértice.

Se han resuelto una serie de casos, en los cuales se han tomado una longitud de grieta a y una carga aplicada σ_0 constantes ($a = 1$ y $\sigma_0 = 1$) y se han variado las características elásticas de los sólidos y el coeficiente de fricción en la interfase.

Para la solución del problema se ha empleado una herramienta numérica, basada en el Método de los Elementos de Contorno [7], para el análisis de problemas elásticos de contacto con simetría axial [8]. Por tanto, se ha realizado una discretización del contorno de la sección radial mostrada en la figura 1(a), empleando elementos lineales continuos.

En cada lado se ha empleado un tamaño máximo de elemento cincuenta veces inferior al tamaño del lado y en las esquinas se han empleado elementos de igual longitud. El tamaño empleado para los elementos más pequeños de la discretización, situados a ambos lados del vértice de la grieta, ha sido de $10^{-12}a$. Con objeto de determinar con precisión el tamaño de la zona de contacto, se ha colocado también una malla más fina en el

entorno del final de la zona de contacto esperada. En las zonas en que es necesario variar el tamaño de los elementos, se ha empleado una relación de 1.3 entre las longitudes de los elementos adyacentes.

Para caracterizar la solución asintótica en el entorno del vértice de la grieta se emplearán el coeficiente de fricción μ , el parámetro β de Dundurs y el parámetro E^* . Estos últimos han sido definidos de la siguiente manera:

$$\beta = \frac{\mu_1(\kappa_2 - 1) - \mu_2(\kappa_1 - 1)}{\mu_1(\kappa_2 + 1) + \mu_2(\kappa_1 + 1)} \quad (1)$$

$$\frac{16}{E^*} = \frac{1 + \kappa_1}{\mu_1} + \frac{1 + \kappa_2}{\mu_2} \quad (2)$$

donde μ_i es el módulo de elasticidad a cortadura (con $i = 1, 2$ indicando los materiales mostrados en la figura 1), y $\kappa_i = 3 - 4\nu_i$, siendo ν_i el coeficiente de Poisson.

Si los materiales son idénticos, se obtiene $\beta = 0$, mientras que, para cualquier combinación de materiales, se verifica: $-0.5 \leq \beta \leq 0.5$. El intercambio de los materiales a ambos lados de la grieta provoca el cambio de signo del parámetro β , tal como puede observarse de su definición en (1). Por tanto en lo que sigue se supondrá que el parámetro β varía en el rango $0 \leq \beta \leq 0.5$.

Si se desprecia el efecto de la fricción, el tamaño de la zona de contacto en el entorno del vértice de la grieta puede ser estimado a partir de la solución analítica del problema obtenida con el enfoque de Williams [4,5,9], obteniéndose un máximo del orden de $\rho_C = 10^{-4}a$ (en el caso de $\beta = 0.5$). El tamaño de la zona de contacto disminuye rápidamente al disminuir β , de forma que para valores en el rango $\beta \leq 0.2$ la zona de contacto es numéricamente indetectable con el esquema empleado, es decir, $\rho_C \leq 10^{-11}a$.

Dado que el objetivo no es sólo determinar el tamaño de la zona de cierre de grieta, sino el comportamiento de la solución en el interior de la misma, el análisis se ha restringido a los casos en que la zona de contacto es de mayor tamaño, es decir, al intervalo rango $0.4 \leq \beta \leq 0.5$ con lo cual, el tamaño de la zona de contacto esperada es del orden de, $6 \cdot 10^{-5}a \leq \rho_C \leq 10^{-4}a$. El coeficiente de fricción se ha variado en el intervalo $0 \leq \mu \leq 2$.

3. SOLUCIÓN CERCA DEL VÉRTICE

Las figuras 2(a) y 2(b) muestran respectivamente la solución obtenida numéricamente (en el caso particular de $\beta = 0.45$ y $\mu = 0.75$) para las tensiones y los desplazamientos relativos en el entorno del vértice de la grieta, siguiendo la referencia mostrada en la figura 1(b). En lo que sigue, el superíndice '+' se empleará para denotar variables asociadas a la solución en la interfase no dañada, por ejemplo, $\sigma_{yy}(\rho, 0) = \sigma_{yy}(\rho)^+$, mientras que el superíndice '-' se empleará para denotar variables asociadas a la solución en las caras de la grieta, como la

presión de contacto $\sigma_{yy}(\rho, \pi) = \sigma_{yy}(\rho, -\pi) = \sigma_{yy}(\rho)^-$, o el deslizamiento relativo $\Delta u_x(\rho)^- = u_x(\rho, \pi) - u_x(\rho, -\pi)$ entre las caras de la grieta. Siendo, en todos los casos, ρ la distancia al vértice de la grieta.

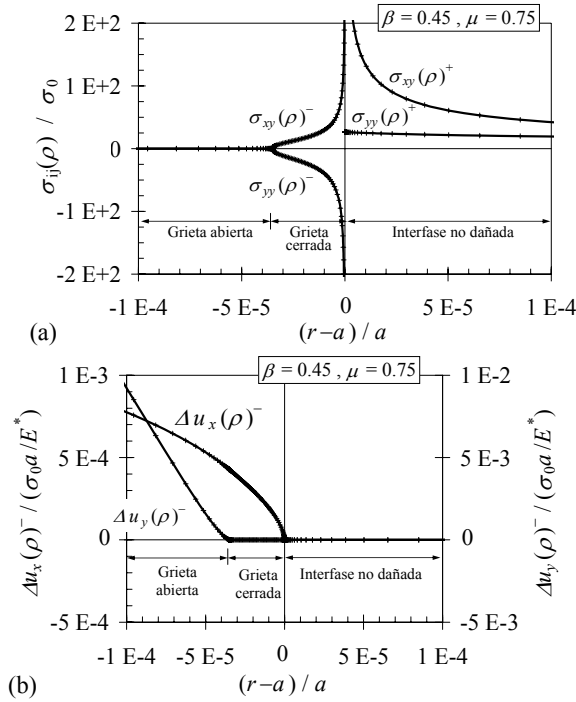


Figura 2. Solución en el entorno del vértice: (a) tensiones; (b) desplazamientos relativos.

El comportamiento asintótico de la solución de las tensiones y los desplazamientos relativos en el entorno del vértice de una grieta de interfase considerando el efecto de la fricción presenta ciertas diferencias frente al comportamiento de la solución obtenida despreciando el efecto de la fricción [3]. Para estudiar con detalle estas diferencias, se muestran sucesivamente, en los siguientes apartados, la evolución de las distintas componentes de la solución, en coordenadas logarítmicas, para el caso de $\beta = 0.45$ y distintos valores del coeficiente de fricción dentro del rango dado por $0 \leq \mu \leq 2$.

3.1. Tensiones por delante del fondo de grieta

Cuando $\rho \rightarrow 0$, las tensiones tangenciales por delante del fondo de grieta, $\sigma_{xy}(\rho)^+$, tienen un comportamiento singular dado por

$$\sigma_{xy}(\rho)^+ = K_{II} (2\pi\rho)^{-\lambda}, \quad (3)$$

siendo K_{II} el coeficiente de intensificación de tensiones. El orden de singularidad λ viene dado por la ecuación:

$$\tan(\lambda\pi) = (\mu\beta)^{-1} \quad (4)$$

Por el contrario, las tensiones normales por delante del fondo de grieta, $\sigma_{yy}(\rho)^+$, tienen un comportamiento acotado en el entorno del vértice.

En las figuras 3(a) y 3(b) se muestran respectivamente la solución de las componentes tangencial y normal del vector tensión por delante del fondo de grieta.

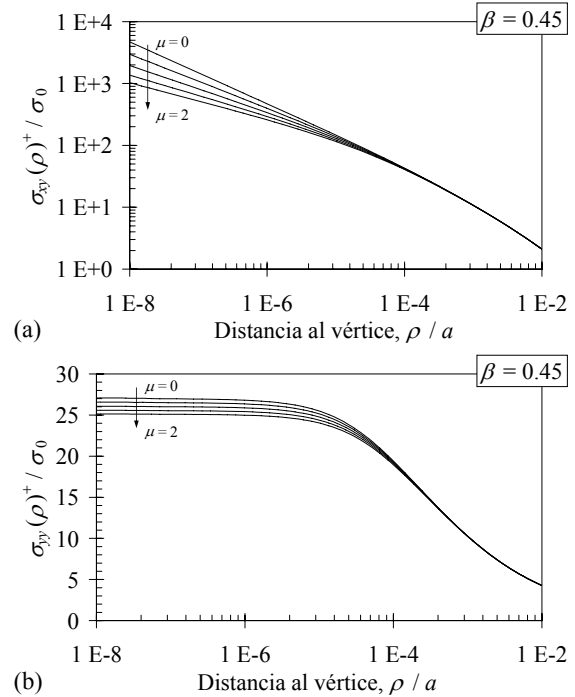


Figura 3. Tensiones por delante del fondo de grieta, en dirección: (a) tangencial; (b) normal.

Como puede observarse, a distancias suficientemente alejadas del vértice, el coeficiente de fricción no influye en la solución obtenida y, por tanto, todas las soluciones convergen en la misma curva.

En la zona cercana al vértice, las tensiones tangenciales disminuyen cuando aumenta el coeficiente de fricción. En las coordenadas logarítmicas empleadas, el cambio de pendiente que se observa en las distintas soluciones cuando $\rho \rightarrow 0$, pone claramente de manifiesto que el descenso en el orden de singularidad de las tensiones tangenciales es tanto mayor cuanto mayor es el coeficiente de fricción.

Las tensiones normales también disminuyen ligeramente en el entorno del vértice de la grieta al aumentar el coeficiente de fricción, aunque al ser estas tensiones acotadas en dicha zona, el descenso es menos significativo y es preciso emplear coordenadas decimales para que se aprecie el descenso con claridad.

3.2. Desplazamiento relativo de las caras de la grieta

Al existir una zona de contacto en el entorno del vértice de la grieta, la apertura $\Delta u_y(\rho)^-$ debe ser nula en dicha zona. Por otra parte, cuando $\rho \rightarrow 0$, los desplazamientos

relativos $\Delta u_x(\rho)^-$ tienen un comportamiento asintótico que viene definido por la ecuación:

$$\Delta u_x(\rho)^- = \frac{1-\beta^2}{E^*} \frac{\sin(\lambda\pi)}{(2-2\lambda)\pi} K_{II}(2\pi\rho)^{(1-\lambda)}. \quad (5)$$

En las figuras 4(a) y 4(b) se muestran respectivamente la solución de la apertura y el deslizamiento relativo entre las caras de la grieta.

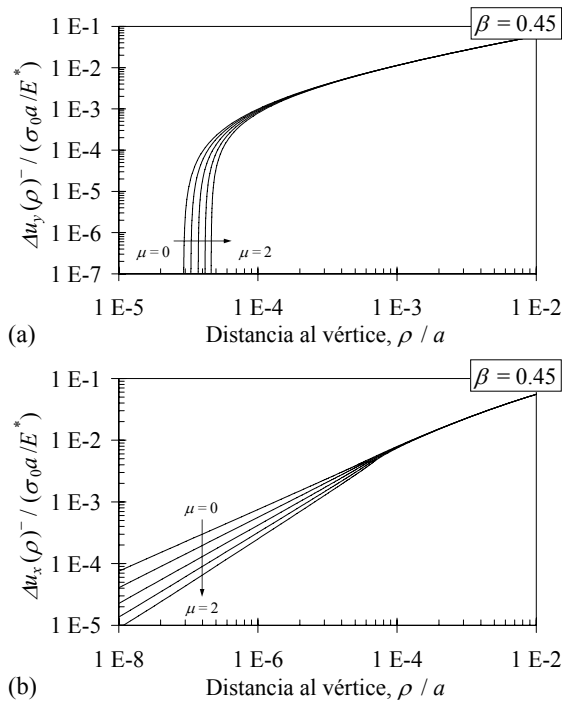


Figura 4. Desplazamientos relativos entre las caras de la grieta: (a) normal; (b) tangencial.

Puede observarse nuevamente que, a distancias suficientemente alejadas del vértice, la presencia de la fricción no influye en la solución obtenida y todas las soluciones convergen en la misma curva.

En la solución obtenida para la apertura se muestra que ésta disminuye cuando aumenta el coeficiente de fricción. Como consecuencia, se observa claramente que el tamaño de la zona de contacto aumenta cuando el coeficiente de fricción.

Igualmente, en la solución obtenida para los deslizamientos relativos se muestra que éstos disminuyen cuando aumenta el coeficiente de fricción, disminuyendo la pendiente como corresponde a la disminución del orden de singularidad λ .

3.3. Tensiones de contacto

Por último, el comportamiento asintótico de las tensiones de contacto viene dado por las ecuaciones:

$$\sigma_{yy}(\rho)^- = -\beta \sin(\lambda\pi) K_{II}(2\pi\rho)^{-\lambda}, \quad (6)$$

$$\sigma_{xy}(\rho)^- = \cos(\lambda\pi) K_{II}(2\pi\rho)^{-\lambda}. \quad (7)$$

A la vista de la ecuación (4) puede comprobarse que esta solución, cumple la relación impuesta por el modelo de Coulomb: $|\sigma_{xy}(\rho)^-| = \mu |\sigma_{yy}(\rho)^-|$.

Las soluciones obtenidas para las componentes normal y tangencial de las tensiones de contacto se muestran respectivamente en las figuras 5(a) y 5(b).

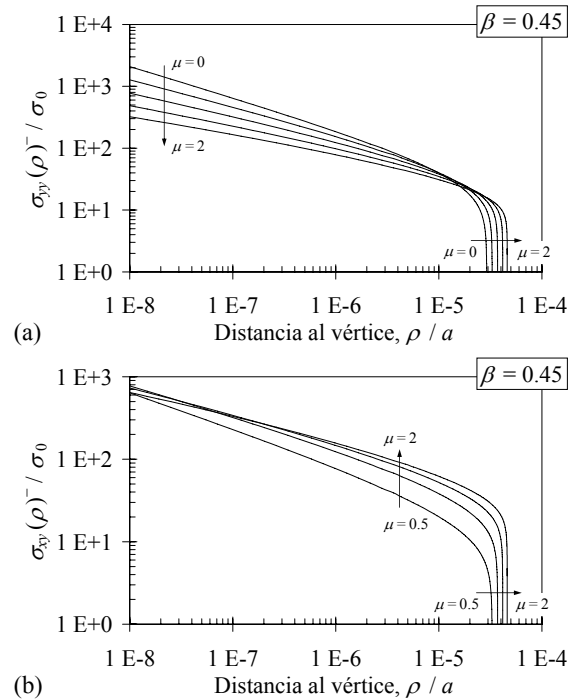


Figura 5. Tensiones de contacto: (a) normales; (b) tangenciales.

En el extremo de la zona de contacto se observa que ambas componentes de las tensiones de contacto aumentan con el coeficiente de fricción, debido, por un lado, en ambos casos, al aumento de la zona de contacto y, por otro, en el caso de las tensiones tangenciales, al aumento del coeficiente de fricción. Sin embargo, en el entorno más próximo del vértice de la grieta, es decir, cuando $\rho \rightarrow 0$, el comportamiento se invierte, es decir, debido al descenso del orden de singularidad, las tensiones se hacen menores cuanto mayor es el coeficiente de fricción.

4. TAMAÑO DE LA ZONA DE CONTACTO

Como hemos visto anteriormente, el tamaño de la zona de contacto en el entorno del vértice de la grieta aumenta cuando lo hace el coeficiente de fricción entre las caras de la grieta.

En la figura 6 se muestra el incremento obtenido en el tamaño de la zona de contacto, para una serie de combinaciones de materiales en el intervalo $0.4 \leq \beta \leq 0.5$, al variar el coeficiente de fricción en el rango $0 \leq \mu \leq 1$.

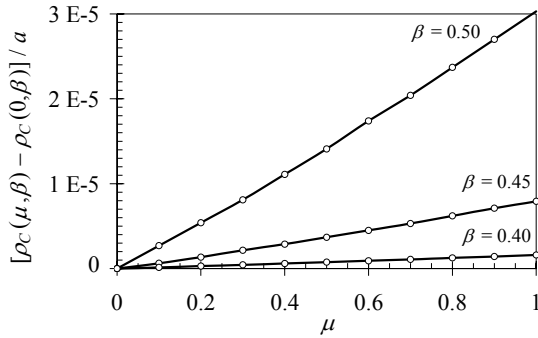


Figura 6. Aumento del tamaño de la zona de contacto debido al incremento del coeficiente de fricción.

Como puede observarse, el aumento de tamaño en la zona de contacto es más notable cuanto mayor es el parámetro β dado que en dicho caso la zona de contacto es mayor. Por otra parte, el aumento de tamaño es aparentemente lineal con el coeficiente de fricción (aunque en realidad presenta una ligera desviación del comportamiento lineal).

5. FACTOR DE INTENSIFICACIÓN DE TENSIONES

Para calcular el factor de intensificación de tensiones se puede emplear cualquiera de las ecuaciones (3), (5)-(7). Para ello, es preciso emplear la solución numérica de la variable correspondiente en nodos suficientemente cercanos al vértice de la grieta como para que el primer término del desarrollo de la solución asintótica sea dominante.

Observando las figuras 3(a), 4(b), 5(a) y 5(b), correspondientes a un caso con $\beta = 0.45$, se observa claramente que en todas ellas existe una amplia zona en la que el primer término del desarrollo de la solución asintótica es dominante y, por tanto, el comportamiento de la variable correspondiente en coordenadas log-log es una recta.

Determinando mediante un ajuste de mínimos cuadrados la pendiente de dicha recta y comparando con el orden de singularidad analítico mostrado en (4) se ha comprobado que el ajuste más preciso (para combinaciones de materiales en el rango $0.4 \leq \beta \leq 0.5$) se obtiene para la solución de los deslizamientos relativos, $\Delta u_x(\rho)^-$, en el intervalo $10^{-8}a \leq \rho_c \leq 10^{-6}a$. Por tanto, el valor del factor de intensificación de tensiones se ha obtenido promediando los valores obtenidos de aplicar (3) en los nodos existentes en dicho intervalo.

En la figura 7 se muestran los resultados obtenidos para el factor de intensificación de tensiones, para el rango $0.4 \leq \beta \leq 0.5$, al variar el coeficiente de fricción en el intervalo $0 \leq \mu \leq 1$.

En la figura 7(a) se aprecia claramente que el factor de intensificación de tensiones aumenta con el coeficiente

de fricción para todos los valores del parámetro β considerados. Aunque no puede apreciarse con claridad en la gráfica, el crecimiento del factor de intensificación de tensiones es levemente más acusado cuanto menor es el valor del parámetro β . Por consiguiente, el comportamiento del factor de intensificación de tensiones frente al parámetro β se invierte al aumentar el coeficiente de fricción. Este hecho se puede apreciar con mayor claridad en la figura 7(b) donde se observa que, para valores bajos del coeficiente de fricción, el factor de intensificación de tensiones disminuye al disminuir el parámetro β , mientras que por el contrario, para valores superiores del coeficiente de fricción, el factor de intensificación de tensiones aumenta al disminuir el parámetro β .

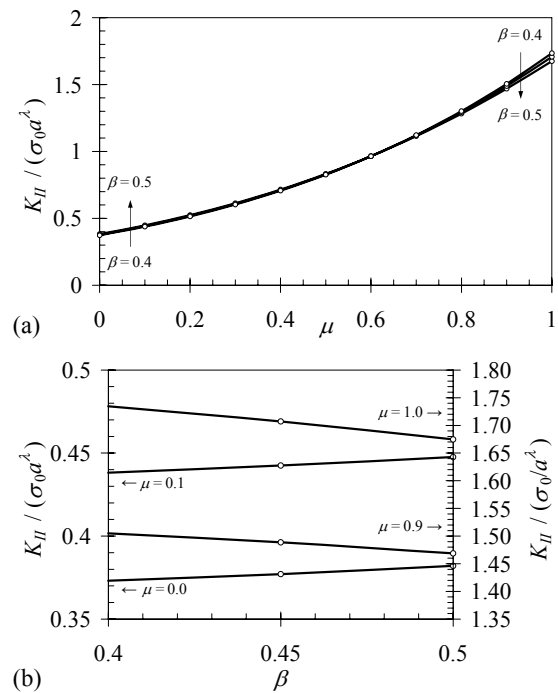


Figura 7. Evolución del factor de intensificación de tensiones frente a: (a) μ ; (b) β .

En cualquier caso, hay que tener en cuenta que al variar el coeficiente de fricción varía el orden de singularidad y, por tanto, las dimensiones del factor de intensificación de tensiones, por lo cual la influencia de éste en la posible propagación de la grieta debe ser objeto de un estudio más profundo.

6. TASA DE ENERGÍA LIBERADA

Para terminar con el análisis, se ha evaluado la tasa de energía liberada durante la propagación de la grieta, empleando la técnica del cierre virtual de grieta, teniendo en cuenta la presencia de las tensiones de contacto entre las caras de la grieta [10].

De esta forma, la tasa de energía liberada asociada a una extensión virtual Δa del tamaño de la grieta puede obtenerse con la integral:

$$\hat{G}_{II}(\Delta a) = \frac{1}{2\Delta a} \int_0^{\Delta a} \sigma_{xy}(\rho)^+ \Delta u_x(\Delta a - \rho)^- d\rho - \frac{1}{2\Delta a} \int_0^{\Delta a} \sigma_{xy}(\Delta a - \rho)^- \Delta u_x(\Delta a - \rho)^- d\rho \quad (8)$$

la cual se ha evaluado numéricamente, a partir de la solución nodal de los deslizamientos y el vector tensión en la interfase, para un rango de extensiones virtuales de la grieta $10^{-8}a \leq \Delta a \leq 10^{-6}a$, obteniéndose los resultados mostrados en la figura 8 para los casos en el rango $\beta = 0.45$ y $0 \leq \mu \leq 1$.

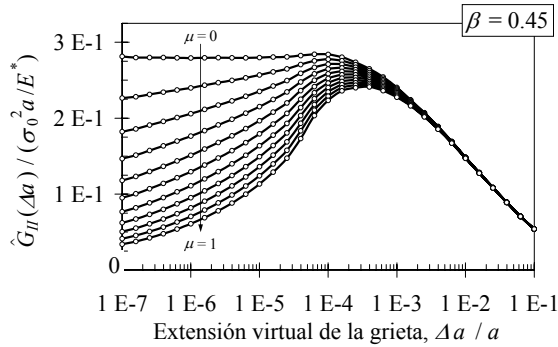


Figura 8. Evolución de la tasa de energía liberada con el tamaño de la extensión virtual de la grieta.

A la vista de los comportamientos asintóticos mostrados en (3), (5) y (7) para los deslizamientos y el vector tensión en la interfase, en el entorno del vértice de la grieta, se puede obtener el siguiente comportamiento asintótico de la tasa de energía liberada cuando la extensión virtual del tamaño de la grieta tiende a cero:

$$\hat{G}_{II}(\Delta a) \sim \Delta a^{(1-2\lambda)}, \text{ si } \Delta a \rightarrow 0. \quad (9)$$

Como consecuencia de este comportamiento asintótico, se obtiene que $\hat{G}_{II}(\Delta a) \rightarrow 0$ cuando $\Delta a \rightarrow 0$, siempre que $0 \leq \lambda < 0.5$, es decir, siempre que $\mu \neq 0$, lo cual puede comprobarse claramente en la figura 8. En la figura se observa que la tasa de energía liberada para extensiones virtual de la grieta claramente superiores al tamaño de la zona de contacto es independiente del coeficiente de fricción, sin embargo, cuando $\Delta a \rightarrow 0$ y, por tanto, la extensión virtual de la grieta es de un tamaño inferior a la zona de contacto, la tasa de energía liberada es claramente dependiente del coeficiente de fricción y del tamaño de la extensión virtual de la grieta.

Representando los datos mostrados en la figura 8 en escala log-log y empleando un ajuste de mínimos cuadrados puede comprobarse que los resultados obtenidos siguen con gran precisión el comportamiento asintótico mostrado en (9) en el rango $10^{-7}a \leq \Delta a \leq 10^{-5}a$.

7. CONCLUSIONES

Se ha presentado una solución numérica del problema de una grieta circular en la interfase entre dos materiales

distintos, de comportamiento isotrópico elástico lineal, teniendo en cuenta el efecto de la fricción entre las caras de la grieta.

Se ha comprobado que la presencia de la fricción hace que disminuya el orden de singularidad y que aumente el tamaño de la zona de contacto que aparece en el entorno del vértice de la grieta.

Por último, se espera que la obtención de una solución precisa de la solución elástica a lo largo de toda la interfase sea de gran ayuda en el estudio de la propagación de este tipo de grietas, dado que, como se ha mostrado, la fricción en la zona de contacto provoca, por un lado, que cambien las dimensiones del factor de intensificación de tensiones y, por otro, que la tasa de energía liberada durante la propagación de la grieta no tienda a un valor constante cuando el tamaño de la extensión virtual de la misma tiende a cero y, por tanto, no es posible analizar la propagación de este tipo de grietas empleando los criterios clásicos de propagación.

AGRADECIMIENTOS

El presente trabajo ha sido realizado con el apoyo de la Junta de Andalucía (Proyectos de Excelencia TEP1207 y TEP2045) y del Ministerio de Educación y Ciencia (Proyectos TRA2005-06764 y TRA2006-08077).

REFERENCIAS

- [1] Williams, M.L., *The stress around a fault or crack in dissimilar media*, B Seismol Soc Am, 49: 199-204, 1959.
- [2] Comninou, M., *The interface crack*, J Appl Mech, 44: 631-636, 1977.
- [3] Comninou, M., *Interface crack with friction in the contact zone*, J Appl Mech, 44: 780-781, 1977.
- [4] Hills, D.A. y Barber, J.R., *Interface cracks*. Int J Mech Sci, 35(1): 27-37, 1993.
- [5] Kassir, M.K. y Bregman, A.M., *The stress-intensity factor for a penny-shaped crack between two dissimilar materials*. J Appl Mech, 39: 308-310, 1972.
- [6] Keer, L.M., Chen, S.H. y Comninou, M., *The interfacial penny-shaped crack reconsidered*. Int J Eng Sci, 16: 765-772, 1978.
- [7] París, F. y Cañas, J. *Boundary Element Method: Fundamentals and Applications*, Oxford University Press, Oxford, 1997.
- [8] Graciani, E., Mantič, V., París, F. y Blázquez, A., *Weak formulation of axis-symmetric frictionless contact problems with boundary elements. Application to interface cracks*, Comput Struct, 83: 836-855, 2005.
- [9] Graciani, E., Mantič, V. y París, F., *On the estimation of the first interpenetration point in the open model of interface cracks*, Int J Fracture, 143: 287-290, 2007.
- [10] Sun, C.T. y Qian, W., *A treatment of interfacial cracks in the presence of friction*, Int J Fracture, 94: 371-382, 1998.

CÁLCULO DE LA INTEGRAL J EN PROBETAS SPT PARA LA ESTIMACIÓN DE LA TENACIDAD A FRACTURA

I.I. Cuesta¹, J.M. Alegre¹, R. Lacalle², J.A. Alvarez², F. Gutierrez-Solana²

¹Grupo de Integridad Estructural. Escuela Politécnica Superior.
C/Villadiego s/n, 09001, Burgos
E-mail: iicuesta@ubu.es , jalegre@ubu.es

²Laboratorio de la División de Ciencia e Ingeniería de los Materiales (LADICIM). Universidad de Cantabria.
Avda. Los Castros s/n, 39005. Santander
E-mail: lacaller@unican.es , alvareja@unican.es

RESUMEN

Con el objeto de utilizar el ensayo Small Punch (SPT) para obtener la tenacidad de un material en aquellos casos en los que no se disponga de cantidad suficiente como para poder determinar la misma mediante ensayos normalizados, en el presente trabajo se presenta el procedimiento utilizado para estimar el valor de la integral J de una probeta diseñada a tal efecto. Esta consiste en una probeta tradicional de dicho ensayo en la que se ha mecanizado una fisura desde uno de sus lados hacia el centro de la misma. La probeta se ha modelizado mediante elementos finitos, considerando distintas longitudes de fisura, para seleccionar la más adecuada. Los valores de la integral J calculados se compararán con los resultados experimentales y se aplicarán para la determinación de la tenacidad de un acero estructural.

ABSTRACT

In same cases, normalized toughness tests are not realizable through lack of material enough. This work presents the procedure to estimate the J integral value of a special designed specimen, using the Small Punch Test (SPT). The new design consists of a traditional specimen but mechanically fissured from one of its sides to the centre. The selection of the most appropriated length of fissure has been made through a finite elements model. The values of J integral obtained will be compared with the experimental results and will be used to determine the structural toughness of a kind of steel.

PALABRAS CLAVE: Ensayo Small Punch, integral J, probeta fisurada.

1. INTRODUCCIÓN

Para los casos en los que no se dispone de material suficiente para poder realizar ensayos normalizados, como por ejemplo soldaduras, o como puede ser el caso de material irradiado, se han desarrollado en las últimas décadas ensayos miniaturizados que permitan determinar su comportamiento mecánico para poder resolver estos problemas. Tal es el caso del ensayo Small Punch (SPT) utilizado para la determinación de las propiedades mecánicas [1,2], temperatura de transición dúctil-frágil [3], propiedades de creep [4] y últimamente, las propiedades de fractura [5-8], sobre las que se centra el presente trabajo,

Desafortunadamente han sido infructuosos los intentos de obtener la tenacidad a fractura del material con las probetas convencionales de SPT. Algunos autores como Baik et al. [9] desarrollaron un método para estimar J_{Ic} a partir del SPT, el cual está basado principalmente en la relación lineal existente entre J_{Ic} y la deformación equivalente de fractura ($\bar{\epsilon}_{qf}$). La aplicación de las

técnicas de aproximación local de la fractura también parece una alternativa [10] a desarrollar para la determinación de las propiedades de fractura del material.

La gran mayoría de los trabajos sobre este tema hasta el momento han sido realizados con probetas convencionales [1-10] de SPT, siendo muy pocos los autores que han utilizado probetas fisuradas [11]. En el presente trabajo se proponen una serie de probetas fisuradas con el objetivo de desarrollar una metodología para la estimación de J_{Ic} . Esta metodología se basa principalmente en la interpretación y evaluación de la curva carga-desplazamiento obtenida en el SPT y en el valor de la integral J obtenido en las simulaciones numéricas.

2. METODOLOGÍA EXPERIMENTAL

El SPT consiste básicamente en un punzonado sobre una probeta pequeña, mediante un pistón o punzón de gran rigidez, estando la periferia de la probeta

empotrada por una matriz, como se puede observar en la Figura 1. Mediante un equipo de registros adecuado se obtiene la carga del punzón en función del desplazamiento de este.

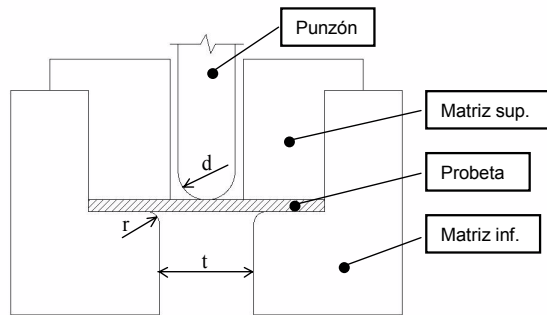


Figura 1. Esquema del SPT.

Las curvas tensión-deformación y carga-desplazamiento experimentales utilizadas en el presente trabajo han sido obtenidas por el Laboratorio de la División de Ciencia e Ingeniería de los Materiales (LADICIM) de la Universidad de Cantabria a partir de la realización de ensayos de tracción y de Small Punch respectivamente. El material utilizado ha sido un acero grado A (Lloyd's) utilizado en construcción naval. Las dimensiones de la probeta SPT han sido de 10x10mm, con orientación LS, y espesor de 0.5mm. Las probetas han sido fisuradas en el plano LS por electroerosión de diámetro 0.3mm, desde el centro de un lado de la probeta hacia el centro de la misma, variando la longitud de fisura entre 4 y 6mm aproximadamente, según los valores mostrados en la Tabla 1.

Tabla 1. Valores de longitud de fisura (a) de las probetas experimentales

Probeta	Longitud de fisura (mm)
1	3.88
2	4.25
3	4.89
4	5.21
5	5.98

Para la realización del ensayo se ha utilizado un diámetro del punzón $d=2.5\text{mm}$, una matriz inferior de diámetro $t=4\text{mm}$ y un radio de acuerdo de la matriz inferior $r=0.5\text{mm}$. El ensayo se ha realizado a temperatura ambiente. La velocidad de ensayo ha sido $v=0.2\text{mm/min}$.

3. SIMULACIÓN NUMÉRICA DEL SPT

El software utilizado para la simulación ha sido MSC.Marc [12]. Debido a la simetría que presenta el SPT con probeta fisurada se ha modelizado la mitad de la geometría utilizando el plano ZX como plano de simetría, como se observa en la Figura 2. El punzón y la matriz inferior se han modelado con una esfera y una superficie respectivamente, considerándolos como

cuerpos rígidos en el contacto. La probeta se ha considerado como un cuerpo deformable elasto-plástico y ha sido modelada con elementos hexaédricos de ocho nodos. La modelización se ha efectuado en 3D con el objetivo de tener en cuenta las diferencias a lo largo del espesor de la probeta.

El coeficiente de fricción (μ) entre los diferentes cuerpos en el contacto es un parámetro a tener en cuenta en la simulación [13]. Como el contacto es acero-acero se ha tomado un valor $\mu=0.1$. Las dimensiones geométricas son las mismas que las del ensayo experimental. La superficie de la matriz superior no se ha modelado porque se ha sustituido por una restricción de desplazamiento, con la cual se logra el mismo efecto de empotramiento de la probeta durante el ensayo.

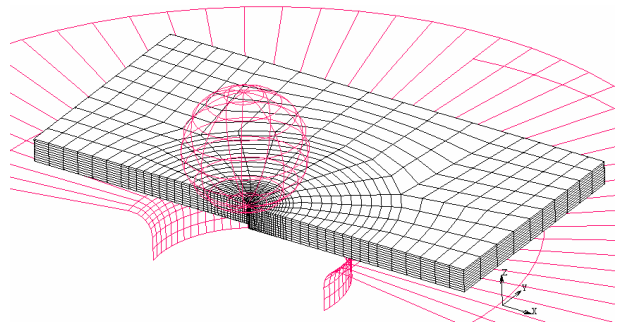


Figura 2. Geometría utilizada en la simulación.

Se han utilizado los datos experimentales de la curva tensión-deformación para obtener las propiedades elásticas, como son el módulo de Young (E) y el coeficiente de Poisson (ν), y las propiedades plásticas del material.

Para valores pequeños de la deformación plástica se han utilizado los datos experimentales de la curva tensión-deformación, pero conforme va aumentando esa deformación aparece daño en la probeta y se ha extrapolado el comportamiento del material sin daño para grandes deformaciones con una ecuación tipo Hollomon ($\sigma = K\varepsilon^n$). La metodología para extrapolar la curva tensión-deformación plástica consiste en seleccionar un intervalo de puntos, descartando los valores cercanos a la fluencia del material y los próximos a la tensión máxima, debido a la aparición de daño local en la probeta de ensayo. El intervalo de extrapolación es fundamental en los resultados obtenidos en la simulación, debido a que de él dependen los parámetros K y n , los cuales definen el comportamiento plástico del material. En la Tabla 2 se muestran los parámetros de material obtenidos a partir de la curva tensión-deformación.

Tabla 2. Parámetros de material que definen el comportamiento elasto-plástico

E (MPa)	ν	K	n
200000	0.3	854.5	0.256

La Figura 3 muestra los resultados de la simulación de las probetas de la Tabla 1, se puede observar que conforme va aumentando la longitud de fisura la capacidad de carga de la probeta disminuye y el punto de carga máxima se alcanza para un valor de desplazamiento del punzón menor. En cuanto a la forma de la curva carga-desplazamiento en probetas fisuradas, es similar a la de las probetas convencionales, pudiéndose llegar a distinguir las diferentes zonas en las que se divide la curva [10].

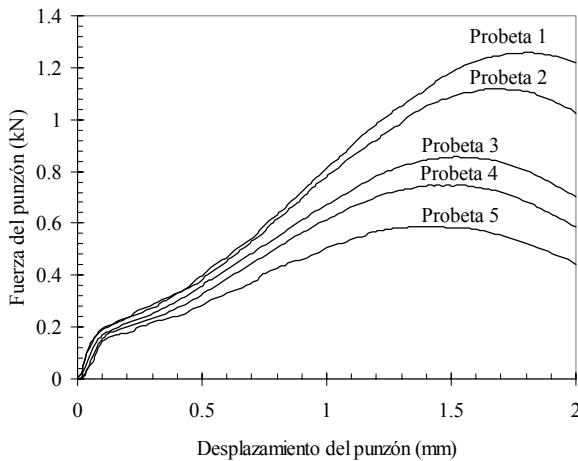


Figura 3. Curvas simuladas carga-desplazamiento del SPT de probetas fisuradas.

4. METODOLOGÍA PARA LA DETERMINACIÓN DE LA INTEGRAL J

La integral J ha sido evaluada en el entorno de la punta de fisura teniendo en cuenta todo el espesor de la probeta, es en esta zona donde se producen los estados tensionales más elevados y donde se inicia la rotura. El cálculo de la integral J en MSC.Marc está basado en el método del dominio de integración [12]. El volumen de integración viene limitado por el camino definido y la línea de fisura a lo largo de todo el espesor. Eso indica que el valor de J obtenido representa el valor medio a lo largo del espesor. De esta forma se puede comparar de manera más acorde a la experimentación.

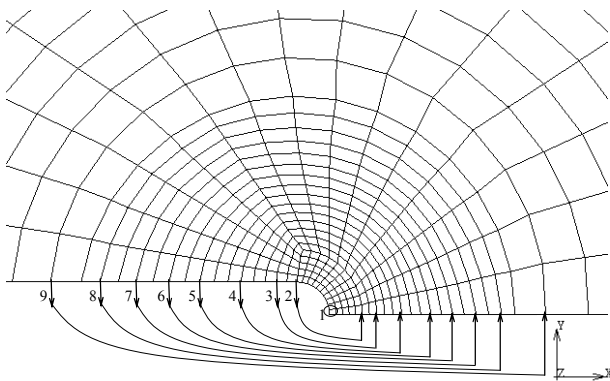


Figura 4. Caminos de integración entorno a la punta de fisura para el cálculo de J.

En cada una de las simulaciones realizadas se ha obtenido el valor de la integral J para diferentes caminos de integración, los cuales se pueden observar en la Figura 4. Para una probeta determinada, en cada instante se tomará como valor de la integral J el resultado que permanezca constante a lo largo de varios caminos de integración.

A modo de ejemplo, la Figura 5 representa el valor calculado en la probeta 3 de la integral J para cada uno de los caminos de integración. Se puede observar que para los caminos 2, 3, 4, 5, 6, 7, 8 y 9 el valor de J permanece prácticamente constante a lo largo del desplazamiento del punzón.

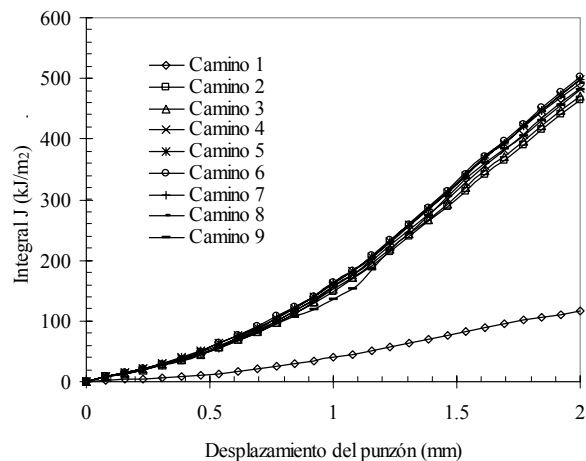


Figura 5. Valores de J en los caminos de integración para la probeta 3.

Finalmente, el valor de J ha sido obtenido como la media de los valores de los caminos de integración que permanecen constantes, según se presenta en la Tabla 3.

Tabla 3. Caminos de integración que permanecen constantes para el cálculo de J

Probeta	Caminos de integración
1	Del 2 al 9
2	Del 2 al 7
3	Del 2 al 9
4	Del 2 al 9
5	Del 2 al 8

5. COMPARACIÓN DE CURVAS CARGA-DESPLAZAMIENTO EXPERIMENTALES Y NUMÉRICAS

Una vez realizados los ensayos experimentales y las simulaciones numéricas se procede a la comparación de las curvas carga-desplazamiento obtenidas. La Figura 6 muestra los resultados obtenidos para las diferentes probetas, se puede observar como la tendencia de cada pareja de curvas es la misma en los primeros tramos de la curva. La capacidad de carga es algo mayor en la probeta simulada, debido principalmente a que se

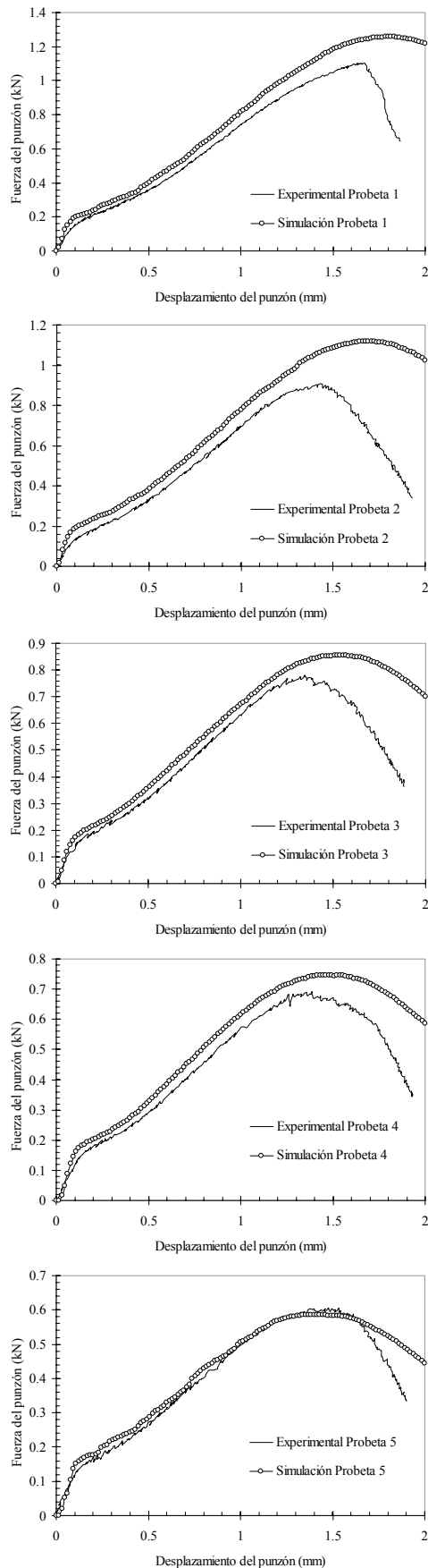


Figura 6. Comparación de curvas carga-desplazamiento numéricas-experimentales.

produce daño en la probeta experimental conforme va transcurriendo el ensayo y en nuestro caso se ha utilizado para la simulación la curva tensión-deformación del material sin daño. Esta diferencia de valor es aceptable, por lo que el fenómeno de daño no se ha tenido en cuenta en la simulación ya que lo que se busca en esta ocasión no es el ajuste perfecto de las curvas sino el punto de separación de las mismas, lo que determina el inicio de la rotura.

Comentar que en la simulación no se produce propagación ni rotura, y que en el ensayo real sí, lo cual indica que el inicio de propagación de la fisura se puede asumir cuando las dos curvas experimental y simulada se separen. Indicar que es difícil saber exactamente cuando se inicia la rotura, y que de forma convencional se suele asumir el punto de carga máxima como valor a tener en cuenta.

La separación de las curvas se produce antes de alcanzar la zona de carga máxima en todas las probetas, excepto en la probeta 5 que se produce, una vez alcanzado el punto de carga máxima, cuando la capacidad de carga comienza a descender bruscamente por la propagación de la grieta.

La Tabla 4 muestra el valor del desplazamiento del punzón en el punto de separación de las curvas y en el punto de carga máxima para cada una de las probetas fisuradas. Estos valores serán utilizados para determinar el valor de la integral J.

Tabla 4. Valores de desplazamiento del punzón en el punto de separación de las curvas numéricas-experimentales y en el punto de carga máxima

Probeta	Desplazamiento del punzón en el punto de separación (mm)	Desplazamiento del punzón en el punto de carga máx. (mm)
1	1.5	1.7
2	1.25	1.45
3	1.25	1.35
4	1.25	1.35
5	1.65	1.5

Tal y como se ha comentado anteriormente, se ha calculado el valor de la integral J a lo largo de varios caminos de integración para cada una de las probetas fisuradas. La Figura 7 muestra el valor de la integral J, promediada en los caminos estables, en función del desplazamiento del punzón para cada una de las probetas fisuradas.

Los círculos blancos de la Figura 7 y de la Figura 8 representan el valor de la J en el punto de separación de las curvas experimental y numérica, es decir, en el punto en el que se asume que comienza el crecimiento de la grieta en la probeta fisurada; mientras que los cuadrados blancos corresponden al valor de la J en el punto de carga máxima.

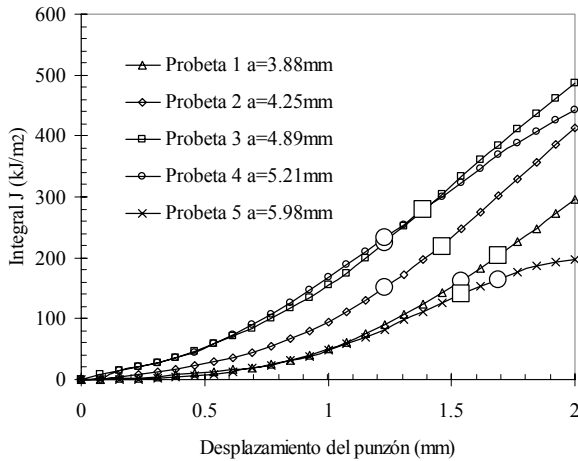


Figura 7. Curvas Desplazamiento del punzón-J.

Estos valores se obtienen entrando en la gráfica con los valores correspondientes al desplazamiento del punzón de la Tabla 4 para cada una de las probetas fisuradas. La Figura 8 muestra estos valores en función de la longitud de fisura inicial.

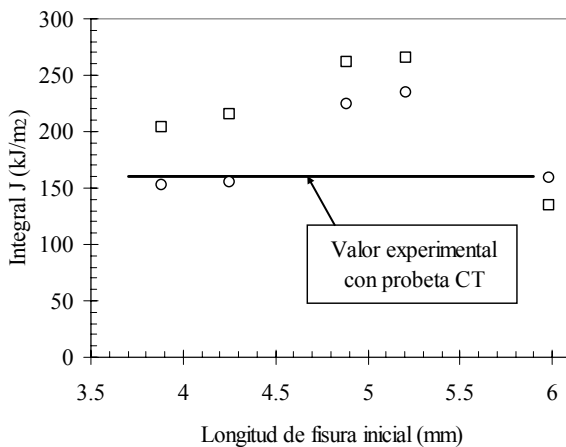


Figura 8. Valores Longitud de fisura inicial-J.

Se ha comparado los resultados obtenidos con el valor de la tenacidad a fractura del material obtenido mediante ensayos normalizados con probetas CT, el cual esta entre 150 y 170 kJ/m². Se puede observar como los valores de J obtenidos en el punto de separación de las curvas experimental y simulada se ajustan mejor al valor de J_{Ic} , siendo las probetas 1,2 y 5 con las que se obtiene un valor de J dentro del rango experimental de J_{Ic} .

6. ESTUDIO DE TRIAXIALIDAD

A pesar de los buenos resultados obtenidos con algunas probetas para la determinación de J_{Ic} , para dar un valor de J_{Ic} por bueno es necesario que en la probeta se produzca un estado tensional característico de las probetas de fractura convencionales [14]. El parámetro que caracteriza el estado tensional en un instante dado

es la triaxialidad de tensiones (ξ), quedando definida por la ecuación (1). Siendo σ_m la tensión media y σ_{eq} la tensión equivalente de Von Mises.

$$\xi = \frac{\sigma_m}{\sigma_{eq}} \quad (1)$$

La Figura 9 muestra los valores obtenidos de triaxialidad de tensiones en la zona de inicio y propagación de grieta, la cual corresponde a la zona cercana al redondeo de la fisura inicial situada en el plano de simetría ZX. Los valores de triaxialidad se han obtenido en la zona superior, media e inferior del espesor para cada una de las probetas fisuradas, en el instante en que se produce la separación de las curvas experimental y simulada. Los valores máximos de triaxialidad están entorno a 0.65, mientras que para una probeta CT están entre 2 y 3, lo cual quiere decir que el estado tensional de una probeta fisurada de SPT es muy diferente al de una CT y por lo tanto hay que tener sumo cuidado en la extrapolación de resultados.

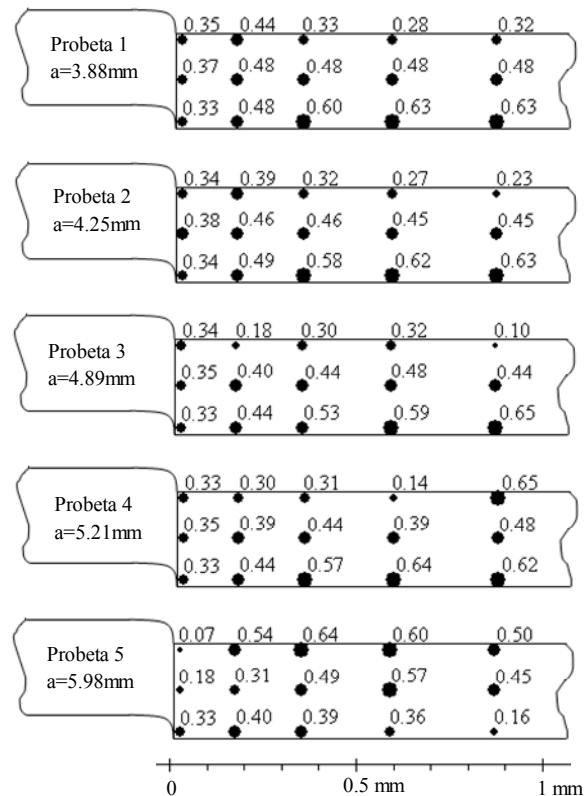


Figura 9. Valores de triaxialidad de las probetas fisuradas.

7. CONCLUSIONES

Las curvas experimentales carga-desplazamiento obtenidas mediante SPT con probetas fisuradas tienen la forma característica que las de probetas convencionales,

distinguiéndose las seis zonas características de la curva [10]. Por otra parte, la simulación numérica también ofrece un buen ajuste de las curvas, con la pequeña salvedad que no se ha tenido en cuenta el daño que se produce en la probeta a lo largo del ensayo. Este daño se tendrá en cuenta en un futuro con la implementación del modelo de daño de Gurson-Tvergaard, el cual tiene en cuenta la nucleación, crecimiento y coalescencia de huecos, para poder simular el material hasta su rotura.

Como se ha visto anteriormente, los valores de la integral J obtenidos en el punto de separación de las curvas experimental y simulada son los que más se aproximan al valor de J_{Ic} obtenido de forma experimental con probetas CT. La realización de un número mayor de ensayos Small Punch con probetas fisuradas y sus correspondientes simulaciones, son necesarios para determinar si el valor de J obtenido se puede tomar como valor de J_{Ic} o por el contrario existe una correlación entre ambos valores.

La búsqueda de nuevas geometrías de probetas fisuradas en las que se produzca un estado tensional más próximo al valor del obtenido en una probeta CT, es necesaria para una extrapolación más segura de los resultados obtenidos.

REFERENCIAS

- [1] Fleury E. et al., *Small Punch tests to estimate the mechanical properties of steels for steam power plant (I-II)*, International Journal of Pressure Vessels and Piping 75 (1998), 699-713.
- [2] Campitelli E. et al., *Assessment of the constitutive properties Form small ball punch test: experiment and modeling*, Journal of Nuclear Materials 335 (2004) 366-378.
- [3] J. Kameda and O. Buck, *Evaluation of the Ductile-to-Brittle Transition Temperature Shift due to Temper Embrittlement and Neutron Irradiation by means of a Small-punch Test*, Materials Science and Engineering, 83 (1986), 29-38.
- [4] Zhen Yang, Zhi-wen Wang, *Relationship between strain and central deflection in small punch creep specimens*, International Journal of Pressure Vessels and Piping 80 (2003), 397-404.
- [5] X. Mao and H. Takahashi, *Development of a further-miniaturized specimen of 3 mm diameter for tem disk small punch tests*, Journal of Nuclear Materials 150 (1987), 42-52.
- [6] X. Mao, H. Takahashi and T. Kodaira, *Supersmall punch test to estimate fracture toughness Jic and its application to radiation embrittlement of 2.25Cr-1Mo steel*, Materials Science and Engineering, A150 (1992), 231-236.
- [7] Maribel L. Saucedo-Muñoz, Shi Cheng Liu, Toshiyuki Hashida, Hideaki Takahashi, Hideo Nakajima, *Correlation between JIC and equivalent fracture strain determined by small-punch tests in JN1, JJI and JK2 austenitic stainless steels*, Cryogenics 41 (2001), 713-719.
- [8] A. Shekhter, S. Kim, D.G. Carr, A.B.L. Croker, S.P. Ringer, *Assessment of temper embrittlement in an ex-service 1Cr-1Mo-0.25V power generating rotor by Charpy V-Notch testing, KIC fracture toughness and small punch test*, International Journal of Pressure Vessels and Piping 79 (2002), 611-615.
- [9] Jai-Man Baik, J. Kameda, and O. Back, *Small Punch Test evaluation of intergranular embrittlement of an alloy steel*, Scripta Metallurgica et Materialia, Vol. 17 (1983), 1443-1447.
- [10] I. I. Cuesta, J. M. Alegre, L. Sarabia, M. S. Sánchez, *Determinación de los parámetros del modelo de Gurson-Tvergaard para la simulación del ensayo de small punch*, Anales de Mecánica de la Fractura Vol. II (2007), 429-434.
- [11] Jang-Bog Ju, Jae-il Jang, Dongil Kwon, *Evaluation of fracture toughness by small-punch testing techniques using sharp notched specimens*, International Journal of Pressure Vessels and Piping 80 (2003), 221-228.
- [12] MSC.Marc Volume A, *Theory and User Information*, Chapter 5, Fracture Mechanics.
- [13] Autillo J. et al., *Utilización del ensayo miniatura de punzonamiento (Small Punch Test) en la caracterización mecánica de aceros*, Anales de Mecánica de Fractura Vol. I (2006), 77-83.
- [14] T. L. Anderson, *Fracture Mechanics, Chapter 3. Elastic-Plastic Fracture Mechanics*, 1995.

DETERMINACIÓN DE LOS PARAMETROS ELASTOPLÁSTICOS Y DE DAÑO MEDIANTE MÉTODOS INVERSOS SOBRE ENSAYOS SPT

I. Peñuelas¹, I.I. Cuesta², C. Betegón¹, C. Rodríguez¹, F.J. Belzunce¹

¹ Universidad de Oviedo. Escuela Politécnica Superior de Ingeniería. Campus de Viesques, 33203, Gijón
E-mail: penuelasines@uniovi.es

² Grupo de Integridad Estructural. Escuela Politécnica Superior. C/Villadiego s/n, 09007, Burgos.

RESUMEN

El presente trabajo tiene como objetivo principal la creación y validación de una metodología para la determinación de los parámetros elastoplásticos y de daño que definen el comportamiento del material, a partir de la interpretación y evaluación de la curva carga-desplazamiento obtenida en el ensayo Small Punch (SPT), en aquellos casos en los que no se disponga de cantidad suficiente de material como para poder determinar sus propiedades mediante ensayos normalizados. La metodología desarrollada está basada en el cálculo inverso, el diseño de experimentos para la obtención de superficies de respuesta, el ajuste polinomial y de curvas, y las técnicas de optimización evolutiva multiobjetivo, y permite la obtención de los parámetros buscados, con los que simular correctamente el SPT. Para validar la metodología desarrollada se compararán los resultados con las propiedades del material obtenidas mediante ensayos convencionales. La modelización se ha realizado tanto en 2D (axisimetría) como en 3D con el objetivo de poder introducir en un futuro la posible anisotropía de algunos materiales.

ABSTRACT

The small punch test is very useful in those situations where it is necessary to use small volumes of material. In this paper a methodology for the determination of the mechanical properties of steels from the load-displacement curve is obtained by means of a SPT. This methodology is based on the inverse method, the design of experiments, the polynomial curve adjustment and the evolutive multi-objective optimization, and also allows simulating the SPT. In order to validate the proposed methodology, the numerical results have been compared with experimental results obtained by means of normalised tests. Two dimensional axisymmetric and three dimensional simulations have been performed in order to allow the analysis of anisotropic materials.

PALABRAS CLAVE: Ensayo Small Punch (SPT), diseño de experimentos, optimización evolutiva multiobjetivo, caracterización del material.

1. INTRODUCCIÓN

La caracterización del comportamiento mecánico de los materiales estructurales, a excepción de su dureza, es un procedimiento destructivo que requiere la extracción directa de probetas de ensayo del componente a evaluar. Para que el componente pueda seguir siendo operativo es necesario que estas probetas sean lo suficientemente pequeñas como para posibilitar la reparación sencilla del componente. Sin embargo los ensayos con probetas miniatura no cumplen los requisitos establecidos en las correspondientes normas de ensayo. Por lo tanto, los resultados de este tipo de ensayos deben ser convenientemente interpretados con el fin de derivar las propiedades de los componentes (de mucho mayor tamaño) de los que se han extraído las probetas [1]. La utilización de los ensayos de micropunzonado (Small Punch Tests) para la determinación de las propiedades mecánicas de los materiales es de especial interés en aquellas situaciones en las que es necesario utilizar

volúmenes de material muy pequeños ya sea por la necesidad de ensayar componentes en servicio [2] sin comprometer su funcionamiento (centrales térmicas o nucleares), o bien por el reducido tamaño de la zona a ensayar (zonas afectadas térmicamente, recubrimientos, etc), prácticamente imposibles de caracterizar mediante la utilización de ensayos mecánicos convencionales.

En este trabajo se ha desarrollado una metodología para la identificación de las propiedades mecánicas y de fractura de aceros a partir de las curvas carga-desplazamiento obtenidas mediante el ensayo de micropunzonado. Los parámetros micromecánicos a determinar son los correspondientes al modelo de daño de Gurson-Tvergaard-Needleman, en el que se considera la nucleación, el crecimiento y la coalescencia de cavidades, de modo que es posible simular el comportamiento del material hasta la rotura. Los distintos parámetros, tanto macromecánicos como micromecánicos están relacionados con diferentes zonas

de la curva carga-desplazamiento obtenida con el SPT. Esta metodología supone además la correcta simulación numérica del ensayo.

2. ENSAYO SP

El ensayo miniatura de punzonamiento o Small Punch Test (SPT) es un procedimiento de ensayo que puede considerarse prácticamente como no destructivo en virtud del tamaño tan reducido de las probetas que utiliza (sección de $10 \times 10 \text{ mm}^2$ y tan sólo 0.5mm de espesor). Frente a otras técnicas no destructivas tales como rayos X, ultrasonidos o técnicas magnéticas, que se basan en medidas indirectas para estimar algunas de estas mismas propiedades, el SPT permite valorar directamente las propiedades mecánicas de los materiales. El ensayo consiste en fijar la periferia de la probeta, empotrándola entre dos matrices, para posteriormente deformar la probeta hasta su rotura utilizando un punzón de cabeza semiesférica (de 2.5 mm de diámetro) tal y como se esquematiza en la Figura 1.

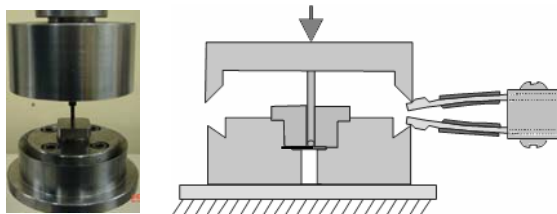


Figura 1. Ensayo de micropunzonado.

A partir del ensayo se obtiene un gráfico representativo de la fuerza ejercida por el punzón contra la probeta, frente al desplazamiento del mismo. En el caso de materiales dúctiles, se pueden distinguir, en estas curvas carga-desplazamiento del SPT, de forma general hasta seis zonas: **Zona I** - Zona de deformación elástica, **Zona II** - Zona de transición elastoplástica, **Zona III** - Zona de deformación plástica generalizada, **Zona IV** - Zona de inestabilidad plástica y rotura, **Zona V** - Zona de ablandamiento por rotura, **Zona VI** - Zona de rotura final de la probeta (Figura 2). En esta figura se representan también las zonas de influencia de los distintos parámetros.

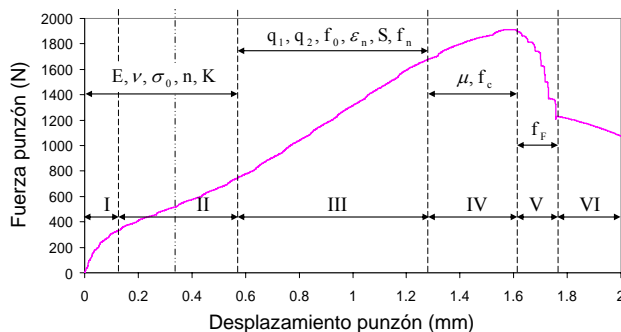


Figura 2. Curva carga-desplazamiento del SPT y zonas de influencia de los parámetros.

Las dos primeras zonas (zona elástica y zona de transición elastoplástica), son suficientes para la caracterización mecánica de aceros que se comportan de acuerdo con la ley de Hollomon ($\sigma = K \cdot \epsilon_p^n$), las restantes zonas permiten la caracterización micromecánica, pudiendo obtenerse los parámetros mecánicos sin tener en consideración el daño en el material, como se demostrará posteriormente.

3. SIMULACIÓN NUMÉRICA DEL SPT

Se han desarrollado distintos modelos para reproducir el ensayo mediante cálculo numérico. Para ello se ha utilizado el código comercial de elementos finitos ABAQUS [3]. De cara a la simulación, aunque las probetas utilizadas experimentalmente son cuadradas, el problema puede considerarse axisimétrico, ya que el hueco de la matriz sobre la que se produce el punzonado es cilíndrico, lo que permite la simulación bidimensional. La selección del modelo más adecuado se hizo mediante la simulación y comparación de todos los modelos desarrollados, basando la elección final en el criterio de optimizar la relación precisión-coste computacional. La probeta se discretizó mediante una malla de elementos axisimétricos de cuatro nodos híbridos con integración reducida. La matriz y el punzón se modelizaron como sólidos rígidos y se introdujeron contactos entre superficies. En la Figura 2 se observa que el coeficiente de fricción (μ) es un parámetro a tener en cuenta en la simulación. Se han realizado distintas simulaciones sobre materiales conocidos obteniéndose una aproximación bastante buena con un valor $\mu=0.1$, que además es adecuado para un contacto acero-acero, que es el que se produce en el ensayo.

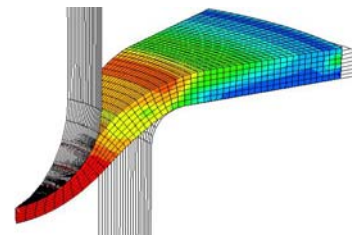


Figura 3. Simulación numérica del SPT

En la Figura 3 se muestra la deformada de la probeta en un estadio de la simulación.

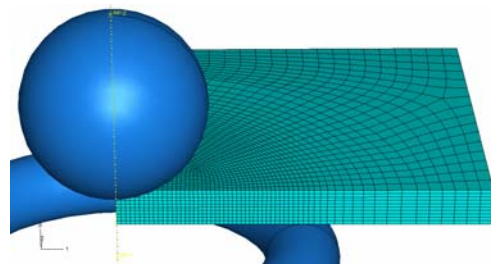


Figura 4. Malla para la simulación 3D del SPT

En una segunda fase se realizaron simulaciones tridimensionales tanto para comprobar la bondad de la simplificación axisimétrica, como para posibilitar la simulación de materiales anisótropos (Figura 4).

4. METODOLOGÍA DE CARACTERIZACIÓN

La metodología desarrollada se basa en el cálculo inverso, el diseño de experimentos, el ajuste de curvas y los algoritmos genéticos.

La caracterización completa del material pasa por la determinación de un importante número de parámetros: $\mu, E, \nu, \sigma_0, n, K, q_1, q_2, f_0, \varepsilon_n, S, f_n, f_c, f_F$. No obstante algunos de ellos se pueden determinar a partir de estudios previos o de la bibliografía, como es el caso de los parámetros $\mu, E, \nu, q_1, q_2, f_0, S$. Una vez identificados estos parámetros, únicamente falta determinar $\sigma_0, n, K, \varepsilon_n, f_n, f_c$ y f_F , siendo los tres primeros macromecánicos y los cuatro restantes del modelo de daño.

La caracterización macro y micromecánica va a tener dos fases bien diferenciadas: en primer lugar se va a caracterizar macromecánicamente el material mediante el estudio de las dos primeras zonas de la curva carga-desplazamiento del SPT; en segundo lugar se procederá a la determinación de los parámetros micromecánicos del material previamente caracterizado, mediante el estudio de las restantes zonas de la curva. Esta separación es posible debido a la no influencia de los parámetros de daño en las zonas I y II de la curva carga-desplazamiento (Figura 5).

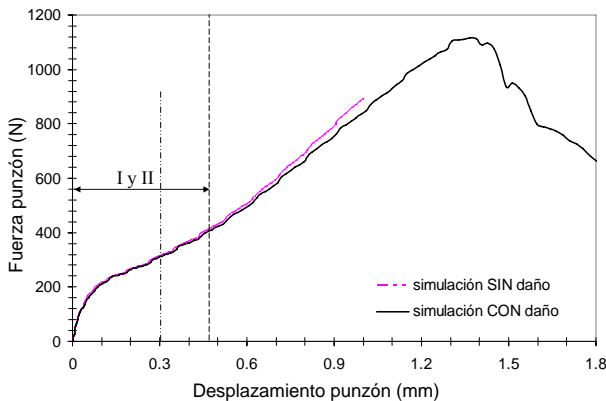


Figura 5. Comparación de las curvas $F-d$ sin y con consideración de daño

4.1. Caracterización macromecánica

Para realizar el cálculo inverso es necesario en primer lugar disponer de un número suficiente de simulaciones (datos entrada: (E, ν, σ_0, K, n) / salidas: curvas carga-desplazamiento). Mediante el diseño de experimentos se ha definido la batería de experimentos a simular consistente en: para unos valores fijos de $E = 2e5$ MPa

y del coeficiente de Poisson ($\nu = 0.3$), distintas combinaciones de (σ_0, K, n) . Por otra parte se ha dispuesto de una amplia batería de simulaciones realizadas en trabajos previos, que se ha utilizado tanto para la obtención de valores objetivo, como para la evaluación del efecto producido por la simplificación inherente al diseño de experimentos. El rango de variación de las variables de entrada es:

$$\sigma_0 = 200 - 700 \text{ MPa}, \quad n = 0.1 - 0.3$$

$$K = \begin{cases} 1.5 \cdot \sigma_0 - 3.5 \cdot \sigma_0 & \text{si } n = 0.1 - 0.15 \\ 2.0 \cdot \sigma_0 - 4.0 \cdot \sigma_0 & \text{si } n = 0.15 - 0.20 \\ 2.5 \cdot \sigma_0 - 4.5 \cdot \sigma_0 & \text{si } n = 0.20 - 0.25 \\ 3 \cdot \sigma_0 - 5 \cdot \sigma_0 & \text{si } n = 0.25 - 0.3 \end{cases}$$

Posteriormente se ha fijado un desplazamiento determinado (0.3 mm) para el ajuste de los dos primeros tramos de la curva carga-desplazamiento mediante una ecuación exponencial de la forma $y = e^{(a+b/x+c \cdot \ln(x))}$, como se muestra en la Figura 6, mediante el software comercial DataFit [4], obteniéndose de ese modo, para cada conjunto de datos de entrada, tres factores a, b, c que dependen de las variables a determinar, es decir, $(a = a(\sigma_0, n, K), b = b(\sigma_0, n, K) \text{ y } c = c(\sigma_0, n, K))$.

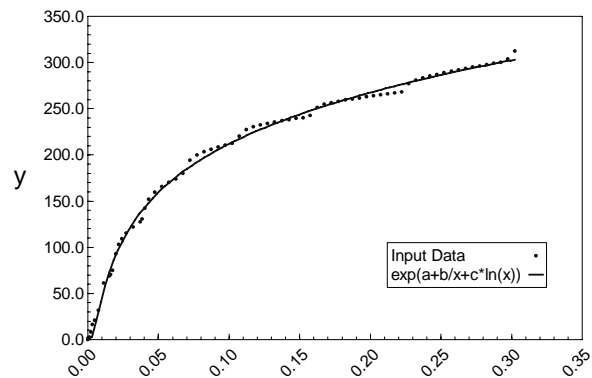


Figura 6. Ajuste de la curva carga-desplazamiento

Cada una de estas funciones se postula como modelos polinomiales [5] cuyo orden hay que determinar. Mediante la comparación de ajustes numéricos por regresión polinomial de orden 2, 3 y 4 se opta finalmente por la utilización de modelos de orden 2 en las tres funciones (en el caso de utilizar diseño de experimentos) y de orden 3 (en el caso de trabajar con la batería de simulaciones) por proporcionar ajustes suficientemente buenos.

Tabla 1. Coeficientes R_a^2 para las tres funciones

	diseño exp	batería de simulaciones		
	2º orden	2º orden	3º orden	4º orden
a	0.981	0.986	0.997	0.999
b	0.889	0.934	0.951	0.960
c	0.907	0.961	0.982	0.987

En la Tabla 1 se muestran los valores del coeficiente R^2 para las tres funciones y los distintos órdenes considerados. En la tabla se observa también cómo los ajustes con la batería de simulaciones (175) son en cualquier caso mucho mejores que los obtenidos mediante diseño de experimentos (15 experimentos).

Con estos modelos polinomiales, cada una de las funciones se escribirá mediante expresiones de la forma

$$f(\sigma_0, n, K) = b_0 + b_1 x_1 + b_2 x_2 + b_3 x_3 + b_{11} x_1^2 + b_{22} x_2^2 + b_{33} x_3^2 + b_{12} x_1 x_2 + b_{13} x_1 x_3 + b_{23} x_2 x_3 \quad (1)$$

para los ajustes de orden dos (diseño de experimentos), y mediante expresiones

$$f(\sigma_0, n, K) = b_0 + b_1 x_1 + b_2 x_2 + b_3 x_3 + b_{11} x_1^2 + b_{22} x_2^2 + b_{33} x_3^2 + b_{12} x_1 x_2 + b_{13} x_1 x_3 + b_{23} x_2 x_3 + b_{123} x_1 x_2 x_3 + b_{112} x_1^2 x_2 + b_{113} x_1^2 x_3 + b_{122} x_1 x_2^2 + b_{223} x_2^2 x_3 + b_{133} x_1 x_3^2 + b_{233} x_2 x_3^2 + b_{111} x_1^3 + b_{222} x_2^3 + b_{333} x_3^3 \quad (2)$$

para los ajustes de orden tres (batería de simulaciones).

Para la obtención de los coeficientes b_{ijk} se han normalizado los valores de entrada (σ_0, n, K) de modo que varíen entre [0,1]. Los valores obtenidos para estos coeficientes al 99% de confianza se muestran en la Tabla 2. Como se observa a partir de la Tabla 1 las tres regresiones utilizadas son muy significativas, y además explican el 99.7%, 95.6% y 98.4% de la varianza de a, b, c , respectivamente.

Tabla 2. Coeficientes b_{ijk} para los ajustes de orden 3

	a	b	c
b_0	5.71048018	-0.00829258	0.25978748
b_1	0.00191446	-0.01508759	-0.36809281
b_2	-0.60585504	-0.00051838	-0.0886477
b_3	6.75259819	0.02658378	1.38774367
b_{11}	1.45337999	-0.00480519	0.33279479
b_{22}	-0.17753184	-0.0056283	-0.11501128
b_{33}	-2.88944339	-0.09971593	-1.81039397
b_{12}	0.00491019	-0.02896433	-0.48577964
b_{13}	-5.52592006	0.06567327	0.1338645
b_{23}	-1.12143967	0.04558742	0.55393563
b_{123}	-5.13987844	-0.06643944	-2.1955321
b_{112}	1.11391405	0.02857506	0.75839976
b_{113}	-1.44430745	-0.10182755	-1.94692201
b_{122}	1.40276526	0.00766641	0.38699445
b_{223}	-2.58686787	-0.01189609	-0.60625958
b_{133}	9.53781127	0.14445698	4.01278162
b_{233}	6.71653262	0.04137906	1.80579095
b_{111}	-0.47228307	0.01499177	0.10613477
b_{222}	0.42619501	0.00050424	0.0751837
b_{333}	-5.67785877	-0.04182632	-1.71486231

El proceso de cálculo inverso finaliza con la determinación de los valores (σ_0, n, K) que están asociados a unos valores objetivo, obtenidos a partir de la curva carga-desplazamiento de un ensayo SPT ($a_{obj} = -6.097034, b_{2obj} = -0.009365, c_{obj} = 0.283507$). Es decir, hay que buscar los valores (σ_0, n, K) que minimizan simultáneamente las funciones $a - a_{obj}$, $b - b_{obj}$ y $c - c_{obj}$. Estamos ante un problema de optimización multiobjetivo que puede resolverse mediante distintos procedimientos. En este trabajo se ha recurrido al cálculo del frente Pareto mediante la programación de algoritmos genéticos en MATLAB [6,7]. De todas las soluciones posibles que forman el frente se ha elegido una de ellas perteneciente a la zona de mayor densidad de puntos, y para verificar su bondad se ha comparado con los valores de los parámetros (σ_0, n, K) obtenidos mediante ensayos normalizados, obteniéndose los valores de (σ_0, n, K) que se muestran en la Tabla 3. En dicha tabla se muestra también el error relativo de (σ_0, n, K) respecto de los valores deseados. Además se ha realizado la simulación correspondiente a los respectivos valores de los parámetros (σ_0, n, K) , obteniéndose los parámetros a, b, c y las curvas carga-desplazamiento y tensión-deformación, que se han comparado con las objetivo, obteniéndose muy buenos resultados.

Tabla 3. Resultados obtenidos

valores conocidos		σ_0 calculado		n calculado		K calculado	
		valor	error (%)	valor	error (%)	valor	error (%)
σ_0	291.6	292.3	0.24	0.2548	0.47	849.76	0.55
n	0.256						
K	854.5						

En la Figura 7 se muestra el frente Pareto obtenido.

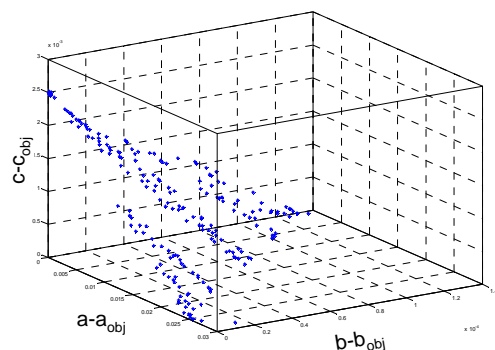


Figura 7. Frente Pareto obtenido

El correspondiente espacio de soluciones que definen el frente Pareto se muestra en la Figura 8. En la misma se observa una falta aparente de unicidad en la solución, por obtenerse distintas zonas con cierta concentración de puntos. Este hecho se presenta en algunas soluciones, pero no representa en general un problema, ya que todas las soluciones se mueven en un rango muy

pequeño de valores de las variables, y su influencia en las curvas tensión-deformación es muy pequeña, como se ha comprobado en distintos casos.

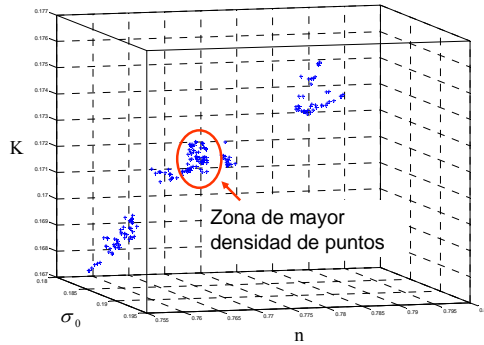


Figura 8. Espacio de soluciones

4.2. Caracterización micromecánica

Una vez caracterizado macromecánicamente el material, se puede proceder a la caracterización micromecánica del mismo. Para ello se ha diseñado un conjunto de 20 experimentos. El rango de variación de las variables de es: $\varepsilon_n = 0.15 - 0.3$, $f_n = 0.01 - 0.07$ (rango de valores de ε_n y f_n típicos para los aceros [8]).

En esta zona sí que está justificado el uso de diseño de experimentos, puesto que el rango de variación de las variables es menor y además no resultaría viable tener una batería de simulaciones para cada uno de los posibles materiales. Aunque este estudio fue realizado con anterioridad por alguno de los autores [5], en este trabajo se introduce como novedad el uso de algoritmos genéticos para la obtención del frente Pareto, obteniéndose aún mejores resultados que los obtenidos en ese trabajo previo.

En la zona III, los únicos parámetros que faltan por determinar son ε_n y f_n . Para su determinación, se ha realizado en esta zona un ajuste lineal de la forma $y = m \cdot x + n_o$, de modo que $m = m(\varepsilon_n, f_n)$ y $n_o = n_o(\varepsilon_n, f_n)$, donde m y n_o se postulan como modelos polinomiales de orden dos de la forma expresada en la ecuación (3).

$$g(\varepsilon_n, f_n) = b_0 + b_1 \varepsilon_n + b_2 f_n + b_{11} \varepsilon_n^2 + b_{22} f_n^2 + b_{12} \varepsilon_n f_n \quad (3)$$

Para cada simulación se obtiene el valor de m y n_o . Nuevamente se ha utilizado el software comercial DataFit para la estimación de los coeficientes b_{ij} . Los coeficientes obtenidos se muestran en la Tabla 4, al 99% de confianza. Las dos regresiones son muy significativas y explican el 99.7 % y 99.3 % de la varianza de m y n_o respectivamente.

Los valores objetivo son en este caso $m_{obj} = 0.7909$ y $n_{o_obj} = 0.0119$. Nuevamente mediante algoritmos

genéticos se ha obtenido el frente Pareto y se ha elegido una de las posibles soluciones.

Tabla 4. Coeficientes b_{ij} para el ajuste de orden 2

	m	n_o
b_0	0.774075	0.022333
b_1	0.011094	-0.001755
b_2	-0.051640	0.029950
b_{11}	0.001642	-0.001519
b_{22}	0.000086	0.000071
b_{12}	0.007788	-0.00123

Para comprobar su validez, se han realizado las dos simulaciones correspondientes a los respectivos parámetros de ε_n y f_n , obteniendo los valores de m y n_o que se muestran en la Tabla 5. En dicha tabla también se muestra el error de m y n_o respecto a los valores objetivo.

Tabla 5. Resultados obtenidos

	FRENTA PARETO	
ε_n	0.2107	
f_n	0.0293	
↓	Valor	Error(%)
m	0.7909	1.45e-4
n_o	0.0119	1.78e-3

En lo que respecta a los restantes parámetros, la determinación de f_c , f_F se ha llevado a cabo de forma análoga a como se detalla en la referencia [5], es decir, la porosidad crítica se obtiene a partir del punto de separación de las curva experimental y simulada, obteniéndose para el caso estudiado un valor de $f_c = 0.07$.

Por otra parte, la porosidad final de fallo va a influir en la pendiente de la zona V, y se puede obtener realizando diversas simulaciones con distintos valores de f_F hasta encontrar el valor que mejor reproduce el comportamiento del material ($f_F = 0.1$).

5. RESULTADOS DE LA CARACTERIZACIÓN

Los valores de los distintos parámetros obtenidos mediante la caracterización completa del material ensayado mediante el SPT se resumen en la tabla 6.

Tabla 6. Parámetros para la simulación del SPT

σ_0 (MPa)	n	K	ε_n	f_n	f_c	f_F
292.3	0.2548	849.76	0.2107	0.0293	0.07	0.1
q_1	q_2	f_0	μ	$E_{(MPa)}$	ν	
1.5	1.0	0	0.3	2e5	0.3	

6. CONCLUSIONES

En el presente trabajo se ha desarrollado una metodología para la determinación de las propiedades mecánicas y de daño, de acuerdo con el modelo de Gurson-Tvergaard-Needleman, de aceros a partir de la curva carga-desplazamiento obtenida en el ensayo de micropunzonado (SPT).

La metodología desarrollada permite: (1) caracterizar macro y micromecánicamente los aceros, identificando los distintos parámetros mediante métodos numéricos y técnicas computacionales; (2) definir correctamente la deformación de la probeta en el curso del ensayo, (3) identificar la zona de influencia de cada uno de los parámetros sobre la curva carga-desplazamiento, permitiendo así su identificación a partir de la curva experimental y (4) describir la influencia de las diferentes variables del ensayo.

La obtención del frente Pareto y el uso de algoritmos genéticos posibilita obtener de forma relativamente sencilla resultados que se ajustan en gran medida a los resultados experimentales.

El uso de una batería de simulaciones junto con el diseño de experimentos parece la forma más adecuada de abordar el problema de identificación de los parámetros, debiendo utilizarse la primera en la caracterización macromecánica y el segundo en la micromecánica.

El procedimiento presentado debe ser realizado para cada tipo material, y para cada espesor y temperatura de ensayo.

AGRADECIMIENTOS

Los autores desean agradecer por su financiación, al Ministerio de Educación y Ciencia (plan Nacional I+D+I), mediante el proyecto MEC-04-MAT2004-06992-C02-01, sin la que no hubiera sido posible la realización de este trabajo.

REFERENCIAS

- [1] Lucas G.E. et al, "Recent progress in small specimen test technology", *J. Nucl. Mater.*, 307-311, pag. 1600-1608, 2002.
- [2] Lucon E., "Material damage evaluation and residual life assessment of primary power plant components using specimens of non-standard dimensions", *Mater. Scie. Tech.*, 17, pag. 777-785, 2001.
- [3] ABAQUS 6.4. Hibbit, Karlsson and Sorensen, Inc., Pawtucket, 2003.
- [4] DataFit 8.2. Oakdale engineering.
- [5] Cuesta I.I. et al., "Determinación de los parámetros del modelo de daño de Gurson-Tvergaard para la

simulación del ensayo de Small Punch", *Anales de Mecánica de la Fractura*, 24 vol. 2, 429-434

- [6] MATLAB R2006b.
- [7] Seshadri, A. "A fase elitist multiobjective genetic algorithm: NSGA-II."
- [8] Abendroth M. et al., "Determination of deformation and failure properties of ductile materials by means of the Small Punch test and neural networks", *Computational Materials Science* 28 (2003) 633-644.

UN MODELO DE DISCONTINUIDADES FUERTES PARA LA SIMULACIÓN NUMÉRICA DE LA FRACTURA DE PIEZAS DE HORMIGÓN ARMADO EN TRES DIMENSIONES

G. Díaz¹, J. Oliver¹, O.L. Manzoli², A.E. Huespe³

¹E.T.S. d'Enginyers de Camins, Canals i Ports, Technical University of Catalonia (UPC) Campus Nord UPC, Edifici C-1, c/Jordi Girona 1-3, 08034 Barcelona, Spain
E-mail: gdiaz@cimne.upc.edu
E-mail: xavier.oliver@upc.edu

²Department of Civil Engineering, Sao Paulo State University (UNESP), Av. Luiz Edmundo C. Coube, S/N, 17030-360, Bauru, SP, Brazil
E-mail: omanzoli@feb.unesp.br

³CIMEC/Intec, Conicet, Guemes 3450, Santa Fe 3000, Argentina
E-mail: ahuespe@intec.unl.edu.ar

RESUMEN

El artículo presenta una metodología para modelar miembros de concreto reforzados tridimensional, usando elementos finitos con discontinuidades fuertes embebidas. El concepto de la teoría de mezclas es usado para representar el comportamiento del concreto reforzado (material compuesto), el cual está constituido por matriz (hormigón simple) y por múltiples fibras largas (armadura) en diferentes direcciones. El comportamiento fenomenológico del hormigón armado es representado mediante un modelo constitutivo tracción-compresión diferenciado para la matriz (hormigón simple), y un modelo constitutivo de plasticidad para las fibras largas (armadura), reproduciendo el comportamiento axial y el deslizamiento no lineal. La inestabilidad y fallo del material compuesto (hormigón armado) están determinados por el análisis de bifurcación discontinua. Finalmente se muestra la aplicabilidad del modelo mediante la comparación entre un ensayo experimental y los resultados numéricos obtenidos con la metodología propuesta.

ABSTRACT

The paper presents a three-dimensional methodology to model reinforced concrete members, using finite elements with embedded strong discontinuities. The concept of mixture theory is used to represent the reinforced concrete behavior (composite material), which is constituted by a matrix (plain concrete) and multiple long fibers (steel rods) in different directions. The effects of the reinforced concrete are represented by means of a damage constitutive model (differentiated tensile-compression) for the matrix (plain concrete), and a elasto-plastic constitutive model for the fibers (steel rods). The composite material failure (reinforced concrete) is determined by the discontinuous bifurcation analysis. Finally, the numerical solution obtained with the computational model proposed here, is validated through an experimental result.

PALABRAS CLAVES: Elementos finitos, mecánica de fractura, teoría de mezclas, discontinuidades fuertes, elementos finitos con discontinuidades embebidas.

1. INTRODUCCIÓN

El comportamiento mecánico del concreto reforzado está íntimamente ligado a la formación de las fisuras ocasionadas por las cargas externas, por cambios de temperatura o por retracciones en el material. En muchas ocasiones una o varias fisuras dominantes determinan la capacidad de carga última, por lo cual

es necesario tener una metodología robusta y estable que pueda predecir la historia de las fisuras durante todo el proceso de carga y que, además, sea la encargada de proporcionar el comportamiento mecánico del concreto reforzado.

La metodología propuesta en dos dimensiones por Linero [1], en donde el material compuesto está cons-

tituido por dos fibras largas ortogonales entre si, embebidas en una matriz (hormigón simple) en el entorno de la metodología de discontinuidades fuertes del continuo, se ha manifestado efectiva, modelando procesos de fractura, junto con el desarrollo de técnicas numéricas capaces de simular las trayectorias de múltiples fisuras [2, 3], incorporando modelos constitutivos capaces de representar efectos fenomenológicos tanto de las fibras (armadura) como de la matriz (hormigón simple). Si a todos estos ingredientes incorporamos la teoría de mezclas [4], en una escala *macroscópica*, en donde las fibras son consideradas embebidas dentro del elemento sólido, creando un material *compuesto*, se puede representar satisfactoriamente el comportamiento del hormigón armado en dos dimensiones con fibras ortogonales entre si. El presente artículo extiende la metodología propuesta por Linero [1] al estudio y análisis de problemas tridimensionales de fisuración del hormigón armado.

2. MODELADO DEL HORMIGÓN ARMADO MEDIANTE LA TEORÍA DE MEZCLAS

En la metodología propuesta el hormigón armado esta constituido por matriz (hormigón simple) y múltiples fibras (armadura de acero) en distintas direcciones, tal como se muestra en la figura 1.

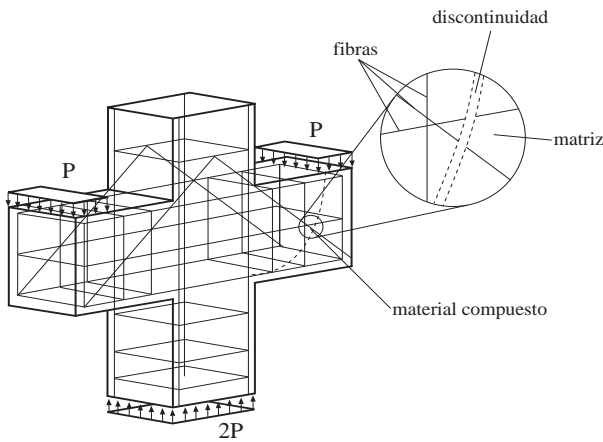


Figura 1: Representación de los componentes del hormigón armado

De acuerdo con la teoría de mezclas [5], el material compuesto es modelado como continuo, en el que cada volumen infinitesimal, es ocupado simultáneamente por todos sus componentes, asumiendo un sistema mecánico en paralelo, en el que todos los componentes comparten la misma deformación del compuesto, se puede entonces asumir la deformación de la matriz ϵ^m igual a la deformación del compuesto ϵ :

$$\epsilon^m = \epsilon \quad (1)$$

La proyección de la deformación de la fibra (f), en la dirección r^f , es dada por la componente del campo de deformaciones del compuesto en esa dirección:

$$\epsilon^f = r^f \cdot \epsilon \cdot r^f \quad (2)$$

Considerando un sistema de referencia ortogonal para la fibra (r^f, s^f, t^f), la deformación por cortante de la fibra γ^f es obtenida a partir de la correspondiente componente tangencial de la deformación del compuesto:

$$\begin{aligned} \gamma_{rt}^f &= 2r^f \cdot \epsilon \cdot t^f \\ \gamma_{rs}^f &= 2r^f \cdot \epsilon \cdot s^f \end{aligned} \quad (3)$$

2.1. Modelo constitutivo para la matriz (hormigón simple)

En el material compuesto, la matriz (hormigón simple) esta representada por un modelo de daño tracción-compresión diferenciado [6] y el comportamiento axial de las fibras (armadura de acero) esta representado por un modelo de plasticidad unidimensional [7]. La relación constitutiva para el modelo de daño viene expresada por:

$$\begin{aligned} \sigma^m &= \frac{q}{r} \bar{\sigma}^m \\ \bar{\sigma} &= C^m \epsilon^m \end{aligned} \quad (4)$$

en donde $\bar{\sigma}^m$ es el tensor de tensiones efectivas, C^m es el tensor constitutivo elástico, r y q son las variables internas tipo deformación y tensión respectivamente. El criterio de daño se define como

$$\begin{aligned} f(\epsilon^m, r) &= \tau_\epsilon - r \leq 0 \\ \tau_\epsilon &= \alpha \sqrt{\bar{\sigma}^m : (C^m)^{-1} : \bar{\sigma}^m} \\ &= \alpha \sqrt{\epsilon^m : (C^m)^{-1} : \epsilon^m} \end{aligned} \quad (5)$$

en donde el factor α descrito en la ecuación (5) esta definido como:

$$\alpha = \frac{\sum_{i=1}^3 \langle \bar{\sigma}_i^m \rangle}{\sum_{i=1}^3 |\bar{\sigma}_i^m|} \left(1 - \frac{1}{n} \right) + \frac{1}{n} \quad (6)$$

en el que $\bar{\sigma}_i^m$ son las componentes del tensor efectivo en direcciones principales, $\langle \bullet \rangle$ es el operador de MacAuley y n es la relación existente entre la resistencia a compresión y a tensión. La ley de ablandamiento está expresada por

$$\dot{q} = H^m \dot{r} \quad (7)$$

en el que H^m es el módulo de ablandamiento. Por último, se define la evolución de la variable interna tipo deformación, como:

$$r(t) = \max_{s \in [0, t]} [r_0, \tau_\epsilon(s)]$$

$$r_0 = \frac{\sigma_u^m}{\sqrt{E^m}} \quad (8)$$

siendo σ_u^m la resistencia a tracción del hormigón y E^m su módulo de Young. La forma incremental de la ecuación constitutiva se escribe como:

$$\dot{\sigma}^m = C_{tg}^m : \dot{\epsilon}^m \quad (9)$$

donde el operador constitutivo C_{tg}^m esta definido de acuerdo al estado de carga. Para el caso correspondiente a descarga ($\dot{r} = 0$), C_{tg}^m queda definido por:

$$C_{tg}^m = \frac{q}{r} C^m \quad (10)$$

y para el caso en carga ($\dot{r} > 0$) se expresa como:

$$C_{tg}^m = \frac{q}{r} C^m - \left(\frac{q - H^m r}{r^3} \right) \dots$$

$$\dots \left[\frac{r^2}{\alpha} (\bar{\sigma}^m \otimes A) + \alpha^2 (\bar{\sigma}^m \otimes \bar{\sigma}^m) \right] \quad (11)$$

en el que A se define como

$$A = C^m : \partial_{\bar{\sigma}} \alpha \quad (12)$$

Para poder hacer compatible el modelo constitutivo de daño con la forma regularizada de la cinemática de las discontinuidades fuertes y con los principios de la mecánica de fractura, el modulo de ablandamiento dependerá del ancho de banda de la localización de las deformaciones, definido como

$$H^m = \left(- \frac{\sigma_u^{m2}}{2E^m G_f^m} \right) k \quad (13)$$

siendo G_f^m la energía de fractura y k un factor de regularización de la cinemática de discontinuidades fuertes [3]

2.2. Modelo constitutivo para las fibras (varillas de acero)

Las fibras son modeladas unidimensionalmente y embebidas en la matriz, generando un “material compuesto enriquecido”, debido a que las fibras aportan una mayor resistencia axial que la matriz. El efecto axial de cada fibra dependerá de el comportamiento fibra-matriz y por la perdida de adherencia-deslizamiento. La combinación de los dos mecanismos crea el modelo constitutivo fibra-deslizante [1].

2.2.1. Modelo de la fibra deslizante

El efecto axial de las fibras puede ser modelado a través de relaciones constitutivas unidimensionales, entre las deformaciones extensionales ϵ^f con las tensiones axiales, debido a que en el material compuesto comparten la misma deformación, Así se puede capturar el efecto de deslizamiento, ocasionado por la degradación de la adherencia entre fibra-matriz, desacoplando las deformaciones en una parte mecánica, ϵ^d , y una parte equivalente debido al deslizamiento, ϵ^i :

$$\epsilon^f = \epsilon^d + \epsilon^i \quad (14)$$

Suponiendo comportamiento en serie entre la fibra y la interface, las tensiones normales del modelo de fibra deslizante σ^f son iguales a las tensiones de cada uno de sus componentes

$$\sigma^f = \sigma^d = \sigma^i \quad (15)$$

Las tensiones asociadas a la elongación mecánica de las fibras, así como las asociadas a los efectos de deslizamiento, fibra-matriz, pueden ser relacionadas con sus correspondiente componentes de deformación, a partir de un modelo constitutivo elasto-plástico perfecto. Así pues, el comportamiento en serie resultante del modelo de fibra-deslizante puede ser calibrado por parámetros asociados a cada efecto (pruebas de adherencia y pull-out). El módulo elástico del modelo de fibra-deslizante se define como

$$E^f = \frac{1}{\frac{1}{E^d} + \frac{1}{E^i}} \quad (16)$$

siendo E^f el módulo elástico del modelo de fibra deslizante, E^d y E^i son el módulo de Young del acero y el módulo elástico para la interface fibra-matriz respectivamente. El límite de fluencia del modelo de fibra-deslizante σ_y^f viene caracterizado como:

$$\sigma_y^f = \min [\sigma_y^d, \sigma_{adh}^i] \quad (17)$$

en la que σ_y^d y σ_{adh}^i son la resistencia uniaxial del acero y el límite uniaxial de tensión de adherencia.

2.2.2. Modelo de la acción pasador

El efecto pasador se puede definir mediante un modelo de plasticidad unidimensional equivalente, en donde, la tensión a cortante de la fibra τ_{rs}^f y τ_{rt}^f en la dirección ‘rs’ y ‘rt’ respectivamente, vienen expresadas como:

$$\tau_{rs}^f = G_{rs}^f \gamma_{rs}^f$$

$$\tau_{rt}^f = G_{rt}^f \gamma_{rt}^f \quad (18)$$

siendo G_{rs}^f y G_{rt}^f el módulo de corte equivalente, en la dirección ‘rt’ y ‘rs’ respectivamente.

2.3. Modelo constitutivo del compuesto

Las tensiones del material compuesto vienen dadas por la suma de la tensión de cada componente multiplicada por su respectiva participación volumétrica, es decir:

$$\sigma = k^m \sigma^m(\epsilon^m) + \sum_{f=1}^{n_f} k^f \left[\sigma^f(\epsilon^f) (\mathbf{r}^f \otimes \mathbf{r}^f) \dots \dots + 2\tau_{rs}^f(\gamma_{rs}^f) (\mathbf{r}^f \otimes \mathbf{s}^f)^s + 2\tau_{rt}^f(\gamma_{rt}^f) (\mathbf{r}^f \otimes \mathbf{t}^f)^s \right] \quad (19)$$

en donde k^m y k^f son la participación volumétrica de la matriz y de la fibra respectivamente, σ^m es el tensor de tensiones de la matriz, σ^f es la tensión normal de la fibra, τ_{rs}^f y τ_{rt}^f son las componentes de tensiones a corte de la fibra en la dirección ‘s’ y ‘t’, respectivamente. Por motivos de simplicidad, en la ecuación (19), asumimos que las componentes de las tensiones tangenciales y normales de las fibras están relacionadas con las deformaciones correspondientes obtenidas de un modelo constitutivo específico, de una forma desacoplada. Las tensiones en el compuesto son obtenidas a partir de las deformaciones del compuesto de una manera incremental

$$\dot{\sigma} = \mathbf{C}_{tg} : \dot{\epsilon} \quad (20)$$

en donde \mathbf{C}_{tg} es el tensor constitutivo tangente del compuesto definido como:

$$\mathbf{C}_{tg} = k^m \mathbf{C}_{tg}^m + \sum_{f=1}^{n_f} k^f \left[\mathbf{E}_{tg}^f (\mathbf{r}^f \otimes \mathbf{r}^f) \otimes \dots \dots (\mathbf{r}^f \otimes \mathbf{r}^f) + 4\mathbf{G}_{rs}^f (\mathbf{r}^f \otimes \mathbf{s}^f)^s \otimes (\mathbf{r}^f \otimes \mathbf{s}^f)^s \dots \dots + 4\mathbf{G}_{rt}^f (\mathbf{r}^f \otimes \mathbf{t}^f)^s \otimes (\mathbf{r}^f \otimes \mathbf{t}^f)^s \right] \quad (21)$$

en el que $\mathbf{C}_{tg}^m = \frac{\partial \sigma^m}{\partial \epsilon}$, $\mathbf{E}_{tg}^f = \frac{\partial \sigma^f}{\partial \epsilon^f}$, $\mathbf{G}_{rs}^f = \frac{\partial \tau_{rs}^f}{\partial \gamma_{rs}^f}$ y $\mathbf{G}_{rt}^f = \frac{\partial \tau_{rt}^f}{\partial \gamma_{rt}^f}$ son los operadores tangentes correspondientes a las relaciones constitutivas respectivas.

3. FALLO DEL MATERIAL COMPUESTO A TRAVÉS DE LA METODOLOGÍA (CSDA)

El inicio y crecimiento de las fisuras en el material compuesto (hormigón armado) se modela a través de la aproximación de las discontinuidades fuertes del continuo (CSDA) [11]. Su implementación en el entorno de los elementos finitos puede ser encontrada con más detalle en [8, 12]. La mejora en la robustez del análisis numérico es conseguida a través de una formulación simétrica (cinemáticamente consistente)

combinando un esquema de integración implícito-explicito denominado “IMPL-EX” que puede ser encontrado en [9]. También se hace uso de un algoritmo de seguimiento de fisuras, que establece la continuidad de las fisuras entre los elementos finitos [10].

4. COMPARACIÓN NUMÉRICA VS. EXPERIMENTAL

El ensayo experimental a comparar con la metodología propuesta es el de una mensula de apoyo de hormigón armado, realizado por Mehmél y Freitag [13], cuyo detalle del armado se muestra en la figura 2. Las propiedades mecánicas utilizadas se muestran en las tablas 1 y 2. Aprovechando la simetría del problema, se modeló la cuarta parte de la pieza, con una malla no estructurada de 90973 elementos finitos (tetrahedros), de 2.5 cm de longitud (figura 3). La malla utilizada para modelar el material compuesto se muestra en la figura 4, y los elementos que presentan la condición de bifurcación, así como las líneas de iso-desplazamiento, son mostrados en las figuras 5 y 6, respectivamente. La comparativa entre las trayectorias de fisuras vs. las experimentales se muestran en la figura 7. Por último, los resultados obtenidos en términos de la fuerza P vs. desplazamiento se observan en la figura 8.

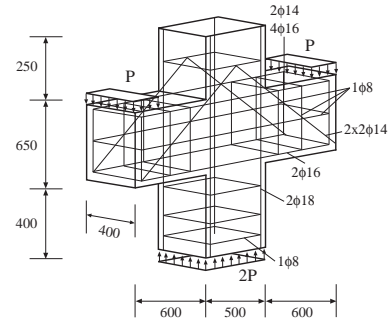


Figura 2: Ménsula de apoyo de hormigón armado

Tabla 1: Parámetros del hormigón

Hormigón	
Resistencia a compresión	22.6 MPa
Resistencia a tracción	2.26 MPa
Módulo de Young	21870 MPa
Energía de fractura	102 N/m
Coefficiente de Poisson	0.2

Tabla 2: Parámetros del acero

Acero	
Módulo de Young	206000 MPa
Resistencia última	430 MPa

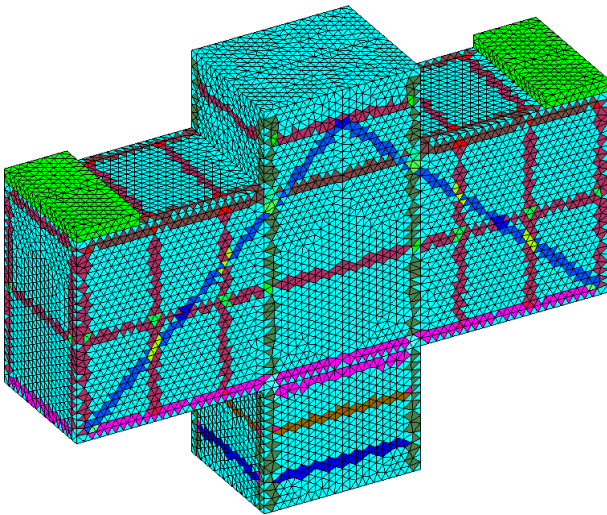


Figura 3: Malla de elementos finitos

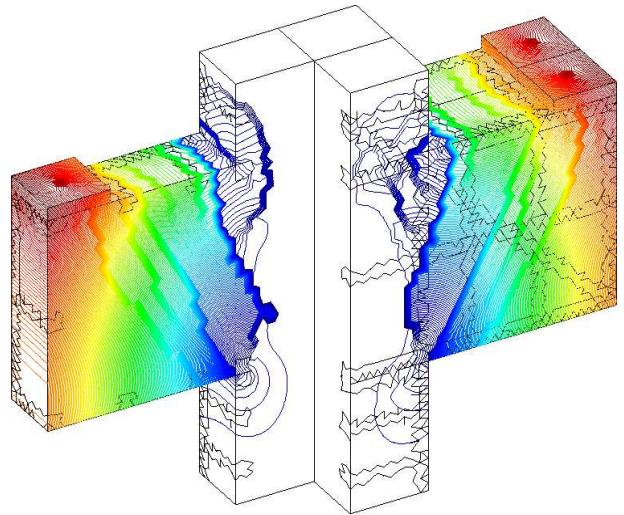


Figura 6: Líneas de iso-desplazamiento

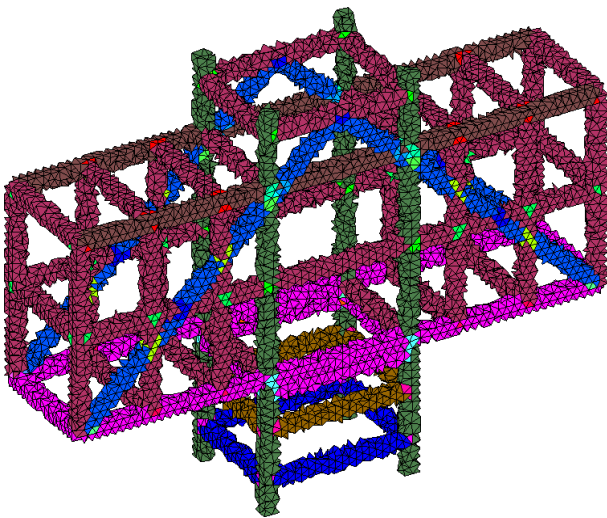


Figura 4: Regiones de material compuesto

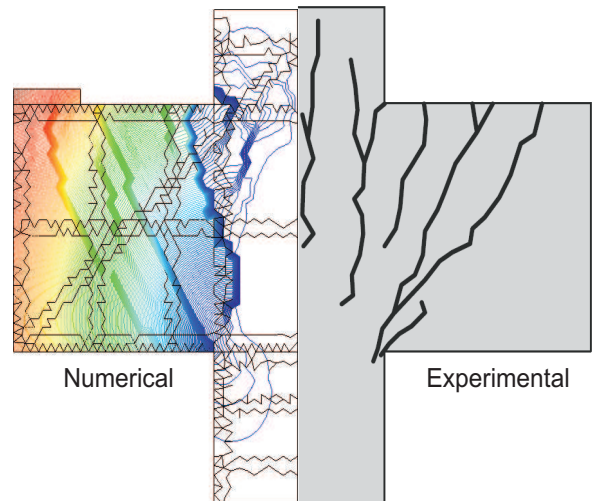


Figura 7: Comparativa entre la fisuración numérica (líneas de iso-desplazamiento) y la fisuración experimental

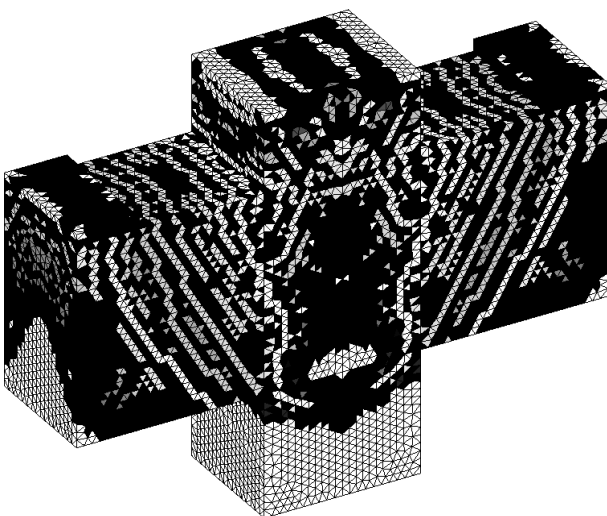


Figura 5: Elementos con condición de bifurcación

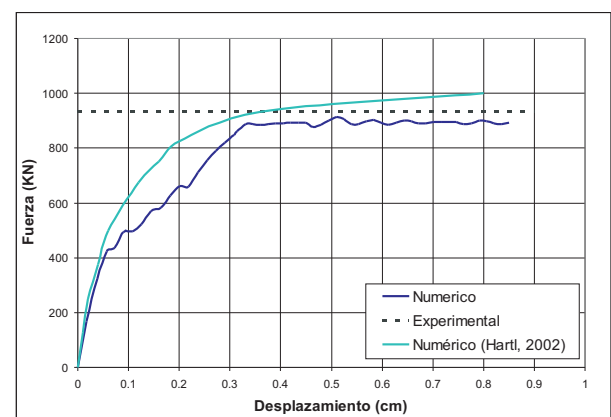


Figura 8: Resultados fuerza vs desplazamiento

5. CONCLUSIONES

La metodología desarrollada predice de forma robusta y estable la respuesta estructural en piezas de hormigón armado en tres dimensiones, basándose en la metodología de discontinuidades fuertes del continuo, incorporando la teoría de mezclas, así como las trayectorias de múltiples fisuras correspondientes a todo el proceso de carga.

AGRADECIMIENTOS

El primer autor desea agradecer la financiación otorgada por el Ministerio de Educación y Ciencia (AP-2004-0878).

REFERENCIA

- [1] D.L. Linero (2006). *Un modelo del fallo material en el hormigón armado, mediante la metodología de discontinuidades fuerte de continuo y la teoría de mezclas*. Doctoral Thesis, Technical University of Catalonia, Barcelona.
- [2] J. Oliver, A. E. Huespe (2004). *Continuum approach to material failure in strong discontinuity settings*. Comput. Methods Appl. Mech. Engrg. 193,(3195-3220).
- [3] J. Oliver, A. E. Huespe (2004). *Continuum approach to material failure in concrete*. Int. J. Numer. Analytical Methos Geomech. 28,(609-632).
- [4] J. Oliver, D.L. Linero, A.E. Huespe, O.L. Manzoli(2008). *Two dimensional modeling of material failure in reinforced concrete by means of a continuum strong discontinuity approach*. Comput. Methods Appl. Mech. Engrg. 197,[5],(332-348)
- [5] C. Truesdell, R. Toupin (1960) *The classical field theories*. Handbuch der Physik III/I, Springer-Verlag Berlin.
- [6] J. Simó, J. Ju (1987). *Strain and stress based continuum damage models. 1 Formulation*. International journal of solid and structures 23,(821-840).
- [7] J. Simó, T.H.R.Hughes (1988). *Computational inelasticity*. Springer-Verlag. New York.
- [8] J. Oliver (1996). *Modelling strong discontinuities in solid mechanics via strain softening constitutive equation. 2. Numerical simulation*. Int. J. Numer. Methods Engrg 39,(3601-3626).
- [9] J. Oliver, A.E. Huespe, S. Blanco (2006). *Stability and robustness issues in numerical modeling of material failure with the strong discontinuity approach*. Computer methods in applied mechanics and engineering 195(52),(7093-7114).
- [10] E. Samaniego (2002). *Contributions to the continuum modelling of strong discontinuities in two-dimensional solids*. Doctoral Thesis, Technical University of Catalonia, Barcelona.
- [11] J. Simo, J. Oliver, F. Armero. (1993). *An analysis of strong discontinuities induced by strain softening in rate-independent inelastic solids*. Computational Mechanics 12,(277-296).
- [12] J. Oliver (1996). *Modelling strong discontinuities in solid mechanics via strain softening constitutive equation. 1. Fundamentals*. Int. J. Numer. Methods Engrg 39,(3575-3600).
- [13] A. Mehl, W. Freitag (1967). *Tragfähigkeitsversuche an stahlbetonkonsolen*. Bauingenieur 42,(362-369).

MEJORA DE LA ESTIMACIÓN DE LOS FACTORES DE INTENSIDAD DE TENSIONES MEDIANTE XFEM CON ELEMENTOS DE TRANSICIÓN CORREGIDOS

José E. Tarancón, Ana Vercher, Eugenio Giner, F. Javier Fuenmayor

Departamento de Ingeniería Mecánica y de Materiales
Universidad Politécnica de Valencia, Camino de Vera s/n, 46022 Valencia, España.
E-mail: jetaranc@mcm.upv.es

RESUMEN

El método de los elementos finitos extendido (XFEM) se ha convertido en una interesante técnica para el análisis de problemas de mecánica de la fractura, ya que permite hacer independiente la geometría de la grieta respecto de la malla de elementos finitos. Para ello se enriquecen los elementos afectados por la grieta con nuevos grados de libertad que introducen la discontinuidad del campo de desplazamientos en las caras de la grieta o que permiten representar el primer término del campo asintótico de desplazamientos alrededor del extremo de grieta. En la formulación clásica del método XFEM aparecen elementos de transición que conectan la zona enriquecida con el resto de la malla. Estos elementos están parcialmente enriquecidos con las funciones de enriquecimiento asociadas al campo asintótico de desplazamientos, por lo que en dichos elementos no pueden representarse correctamente dichas funciones ni tampoco campos lineales, lo que conlleva un aumento del error de discretización. En este trabajo se propone una mejora de los elementos de transición que aumenta la precisión del método XFEM, lo que permite estimar mejor los factores de intensidad de tensiones.

ABSTRACT

The extended finite element method (XFEM) has become an interesting technique for the analysis of fracture mechanics problems, since it enables making the crack geometry independent of the finite element mesh. In this approach, the elements affected by the crack are enriched with new degrees of freedom that introduce the discontinuity of the displacements across the crack faces or that make it feasible to represent the crack tip asymptotic displacement fields. In the classic XFEM formulation they appear blending elements that connect the enriched zone with the rest of the mesh. These elements are partially enriched with the functions associated to the crack tip asymptotic displacement fields. Because of that, the enrichment functions cannot be represented properly in these elements and reproducing a linear field is ruled out. This produces an increment of the discretization error. In the present study it is proposed an improvement of the blending elements that results in greater accuracy of the XFEM method, enabling to estimate the stress intensity factors more accurately.

PALABRAS CLAVE: elementos finitos extendidos, error de discretización, factor de intensidad de tensiones.

1. INTRODUCCIÓN

El método de los elementos finitos (FEM) ha sido ampliamente aplicado en mecánica de la fractura elástica lineal (MFEL). Sin embargo, obtener soluciones precisas con el FEM clásico conlleva un alto coste computacional, ya que la malla debe ser conforme con la geometría de la grieta y en general, si se utilizan elementos estándares, se necesita un alto nivel de refinamiento alrededor de la misma. El método de los elementos finitos extendido (XFEM), introducido inicialmente por Belytschko y Black [1] y redefinido por Moës et al. [2], reduce estos inconvenientes ya que permite hacer independiente la malla de la geometría de la grieta. En este método la grieta no está representada por la frontera de los elementos sino que se representa enriqueciendo los nodos adecuados con nuevos grados de libertad que introducen la discontinuidad del campo de desplazamientos en las caras de la grieta (función escalón de Heaviside) y el primer término del campo

asintótico de desplazamientos alrededor del extremo de grieta (funciones singulares) usando el método de la partición de la unidad (PUM) [3].

Aunque el método XFEM permite hacer análisis de fractura con gran precisión, Stazi et al. [4] observan que la velocidad de convergencia del error no es óptima con respecto al tamaño de los elementos (utilizando refinamiento uniforme) y que no mejora al aumentar el orden polinómico de la interpolación. Esto parece indicar que la singularidad no está bien capturada. Por otro lado, Chessa et al. [5] observan que en métodos basados en un enriquecimiento local mediante partición de la unidad, como el XFEM, una construcción apropiada de los elementos de transición puede ser crucial para una buena eficiencia (velocidad de convergencia óptima). En los elementos de transición (los situados entre la zona enriquecida y la no enriquecida) el enriquecimiento es parcial y no forma una partición de la unidad, ya que sólo tienen

enriquecidos algunos de sus nodos. Estos autores proponen dos técnicas para mejorar la convergencia, pero los ejemplos que presentan no incluyen funciones de enriquecimiento singulares. Estas técnicas se basan en una reformulación de los elementos de transición para recuperar en la medida de lo posible la partición de la unidad.

Recientemente, para obtener la velocidad de convergencia óptima, Laborde et al. [6] por un lado y Béchet et al. [7] por otro, han propuesto utilizar una zona de enriquecimiento alrededor del extremo de grieta independiente del tamaño de los elementos, lo que denominan enriquecimiento geométrico o en área fija.

En este trabajo se propone una mejora de los elementos de transición que permite compensar en cierta medida los efectos del enriquecimiento parcial existente en estos elementos. La técnica propuesta es una extensión del trabajo de Chessa et al. [5] aplicado a MFEL. Esta mejora de los elementos de transición permite aumentar la precisión del método XFEM sin incremento significativo del coste computacional, aunque para obtener la velocidad de convergencia óptima sigue siendo necesario realizar el enriquecimiento en una zona independiente del tamaño de elemento (enriquecimiento geométrico). Esto permite, por ejemplo, estimar los factores de intensidad de tensiones con mayor precisión.

El contenido del trabajo es como sigue. En la Sección 2 se describe brevemente la formulación de XFEM para el modelado de grietas. En la Sección 3 se discute sobre los aspectos que influyen en la velocidad de convergencia del error en XFEM. En la Sección 4 se propone corregir los elementos de transición enriqueciéndolos con funciones de forma jerárquicas de grado mayor que la interpolación estándar utilizada. En la Sección 5 se describe brevemente el método de extracción de los factores de intensidad de tensiones utilizados para obtener los resultados numéricos que se presentan en la Sección 6.

2. XFEM PARA MODELADO DE GRIETAS

En la formulación mediante XFEM aplicada a problemas de MFEL, la aproximación estándar de EF para los desplazamientos se enriquece con dos tipos de funciones: una función escalón para representar la discontinuidad en la grieta, $H(\mathbf{x})$, y unas funciones singulares que permiten representar el primer término del campo asintótico de desplazamientos alrededor del extremo de grieta, $F^\alpha(\mathbf{x})$ [2]. La función $H(\mathbf{x})$ es una función Heaviside modificada para que tome el valor -1 en la región del dominio que queda a un lado de la grieta y el valor 1 en la región que queda al otro lado, definida como

$$H(\mathbf{x}) = \begin{cases} -1 & \text{si } d(\mathbf{x}) < 0 \\ +1 & \text{si } d(\mathbf{x}) \geq 0 \end{cases} \quad (1)$$

donde $d(\mathbf{x})$ es una función distancia signada a la grieta. Las funciones $F^\alpha(\mathbf{x})$ forman una base del primer término del campo asintótico de desplazamientos alrededor de un extremo de grieta:

$$F^\alpha(\mathbf{x}) = \sqrt{r} \left\{ \sin \frac{\theta}{2}, \cos \frac{\theta}{2}, \sin \frac{\theta}{2} \sin \theta, \cos \frac{\theta}{2} \sin \theta \right\} \quad (2)$$

donde r y θ son las coordenadas polares en el sistema de coordenadas local del extremo de grieta. Nótese que sólo $F^1(\mathbf{x})$ es discontinua sobre la grieta.

La aproximación mediante XFEM queda de la siguiente forma:

$$\mathbf{u}^h(\mathbf{x}) = \sum_{i \in I} N_i(\mathbf{x}) \mathbf{a}_i + \sum_{j \in J} N_j(\mathbf{x}) H(\mathbf{x}) \mathbf{b}_j + \sum_{k \in K} \tilde{N}_k(\mathbf{x}) \left(\sum_{\alpha=1}^4 F^\alpha(\mathbf{x}) \mathbf{c}_k^\alpha \right) \quad (3)$$

donde I es el conjunto de todos los nodos de la malla, J es el conjunto de nodos enriquecidos con la función de Heaviside y K es el conjunto de nodos enriquecidos con las funciones singulares asociadas al campo asintótico alrededor de un extremo de grieta. N_i son las funciones de forma de EF estándares asociadas al nodo i y \mathbf{a}_i son los grados de libertad nodales de la aproximación de EF clásica (desplazamientos nodales en el caso de nodos no enriquecidos). Los coeficientes \mathbf{b}_j son los grados de libertad asociados a la función Heaviside. \tilde{N}_k son las funciones de forma estándar de orden lineal utilizadas para la partición de la unidad de las funciones singulares, y \mathbf{c}_k^α son los correspondientes grados de libertad. Para la partición de la unidad asociada a la función Heaviside se utilizan, en este trabajo, las mismas funciones de forma empleadas en la interpolación estándar, tal como se recomienda en [6].

Usualmente sólo los elementos que contienen un extremo de grieta están totalmente enriquecidos con las funciones singulares, como en la figura 1(a). Es posible aumentar el tamaño de la zona enriquecida añadiendo a ésta una o varias capas de elementos vecinos. En cualquiera de estos casos el tamaño de la zona enriquecida es proporcional al tamaño de elemento. Este tipo de enriquecimiento se ha denominado topológico. Otro esquema de enriquecimiento, denominado geométrico, permite hacer independiente el tamaño de la zona enriquecida del tamaño de elemento [6, 7]. La estrategia consiste en, partiendo de los conjuntos de nodos anteriores, añadir a K todos los nodos que estén dentro de una determinada zona geométrica, habitualmente un círculo centrado en el extremo de grieta con radio predefinido R , como se muestra en la figura 1(b). De esta manera algunos nodos pueden ser enriquecidos con ambos tipos de funciones de enriquecimiento (pertenecen tanto a J como a K).

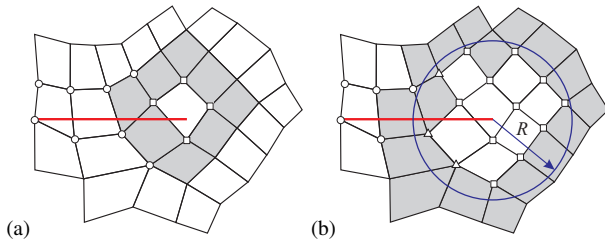


Figura 1. Nodos enriquecidos con enriquecimiento de tipo: (a) topológico; (b) geométrico. Los nodos indicados con un círculo pertenecen a J , con un cuadrado a K y con un triángulo a J y K simultáneamente.

En la figura 1 se muestran también los elementos de transición (en color gris), que son aquellos enriquecidos parcialmente con las funciones singulares (nodos K). Estas funciones de enriquecimiento no se pueden representar correctamente en estos elementos debido a que no se cumple la partición de la unidad. Además, el enriquecimiento parcial en estos elementos produce términos no lineales en la aproximación que impiden representar campos lineales cuando está activo el enriquecimiento.

3. CONVERGENCIA DEL ERROR EN XFEM

El método XFEM permite obtener soluciones precisas en los problemas de MFEL sin utilizar mallas muy refinadas, comportamiento que es de esperar al ser posible representar localmente el campo asintótico de desplazamientos mediante las funciones singulares incorporadas en la interpolación. Al incluir la singularidad en las bases de la interpolación de elementos finitos también cabría esperar que se consiguiera la velocidad de convergencia óptima con refinamientos h -uniformes, como ocurre con soluciones suaves cuando se utiliza el FEM clásico. Sin embargo no ocurre así, ya que se conserva la velocidad de convergencia $O(h^{1/2})$ en el error en norma energética con independencia del orden polinómico de la interpolación, característica de este tipo de problemas de MFEL cuando el refinamiento es uniforme y no se captura bien la singularidad [4].

En otro tipo de aplicaciones donde no hay campos singulares, Chessa et al. [5] demuestran que con el método XFEM, y con cualquier método de enriquecimiento local mediante partición de la unidad, los elementos de transición son cruciales para obtener una buena eficiencia (velocidad de convergencia óptima) debido a la falta de partición de la unidad en dichos elementos (donde el enriquecimiento es parcial). Estos autores realizan un análisis del error de interpolación que aparece en un elemento de transición unidimensional cuando se enriquece con funciones polinómicas para reproducir una discontinuidad en el gradiente y muestran que éste es de mayor orden que en el resto de elementos. Estos autores proponen dos métodos para recuperar en la medida de lo posible la partición de la unidad en los elementos de transición,

bien modificando su formulación (método de deformación mejorada) o bien añadiendo de forma jerárquica funciones polinómicas de orden superior en estos elementos. Ambos métodos buscan compensar los términos no deseados que aparecen en la interpolación de desplazamientos debido al enriquecimiento parcial.

Por otro lado, de nuevo en el ámbito de MFEL, Laborde et al. [6] analizan el error en norma L^2 en un elemento de transición unidimensional para una función de enriquecimiento arbitraria y también muestran que la velocidad de convergencia es inferior a la óptima, siendo la pérdida de velocidad de orden $O(h^{1/2})$ en elementos lineales y cuadráticos. Pero estos autores argumentan que para obtener una convergencia óptima es necesario que la zona de enriquecimiento sea independiente del tamaño de elemento, es decir, que sea una zona geométrica fija, lo que avalan con los resultados numéricos que presentan. Béchet et al. [24] también utilizan una zona de enriquecimiento fija para obtener la velocidad de convergencia óptima. Este tipo de enriquecimiento es el denominado enriquecimiento en área fija o geométrico descrito anteriormente. Un inconveniente de esta técnica es el peor número de condicionamiento de la matriz de rigidez, que crece rápidamente con el número de nodos enriquecidos con las funciones singulares.

4. ELEMENTO DE TRANSICIÓN MEJORADO

En este trabajo se extiende el trabajo de Chessa et al. [5] a los problemas de MFEL, mejorando los elementos de transición para reducir los efectos no deseados del enriquecimiento parcial. Estos elementos se corrigen aumentando localmente el orden polinómico de la interpolación estándar, consiguiendo una mayor precisión tanto a nivel local como global. Una forma simple de aumentar el orden de dicha interpolación es añadiendo convenientemente funciones de forma jerárquicas para compensar los términos no deseados en la interpolación de los elementos de transición debidos al enriquecimiento parcial. Para ello, en problemas bidimensionales, se añaden nodos jerárquicos en los lados comunes de los elementos de transición, que son aquellos que conectan un nodo enriquecido (con las funciones singulares) con un nodo no enriquecido con este tipo de funciones, es decir, lados que conectan un nodo que pertenece a K con otro que no pertenece a K . Si las funciones jerárquicas que se añaden son de orden cúbico o superior también pueden añadirse nodos jerárquicos en el interior de los elementos de transición (modos burbuja).

La aproximación (3) se modifica de la siguiente forma

$$\mathbf{u}^h(\mathbf{x}) = \sum_{i \in I} N_i(\mathbf{x}) \mathbf{a}_i + \sum_{j \in J} N_j(\mathbf{x}) H(\mathbf{x}) \mathbf{b}_j + \sum_{k \in K} \tilde{N}_k(\mathbf{x}) \left(\sum_{\alpha=1}^4 F^\alpha(\mathbf{x}) \mathbf{c}_k^\alpha \right) + \sum_{p \in P} \hat{N}_p(\mathbf{x}) \mathbf{d}_p + \sum_{q \in Q} \hat{N}_q(\mathbf{x}) H(\mathbf{x}) \mathbf{e}_q \quad (4)$$

donde P es el conjunto de los nodos jerárquicos añadidos que están asociados a lados que conectan un nodo enriquecido (que pertenece a K) con uno estándar, o que están asociados a modos burbuja en los elementos de transición no divididos por la grieta. Q es el conjunto del resto de nodos jerárquicos añadidos, es decir, los asociados a lados que conectan un nodo enriquecido de K con un nodo enriquecido de J (los que incorporan la función de Heaviside) y que no pertenezca a K , o asociados al interior de los elementos de transición divididos por la grieta. \hat{N}_p y \hat{N}_q son las funciones de forma jerárquicas correspondientes a los nodos jerárquicos, y \mathbf{d}_p y \mathbf{e}_q son los respectivos grados de libertad. La división de los nodos jerárquicos añadidos en P y Q , con sus diferentes funciones de interpolación, es necesaria para que la mejora de los elementos de transición tenga en cuenta la discontinuidad presente en los elementos divididos por la grieta. Con la modificación propuesta en los elementos de transición la continuidad C^0 de la aproximación no se altera. Los detalles sobre la definición de las funciones de forma jerárquicas pueden consultarse, por ejemplo, en [8].

En este trabajo se han utilizado elementos cuadriláteros lineales y cuadráticos. En la figura 2 se muestran dos ejemplos con los diferentes tipos de nodos jerárquicos añadidos en los elementos de transición.

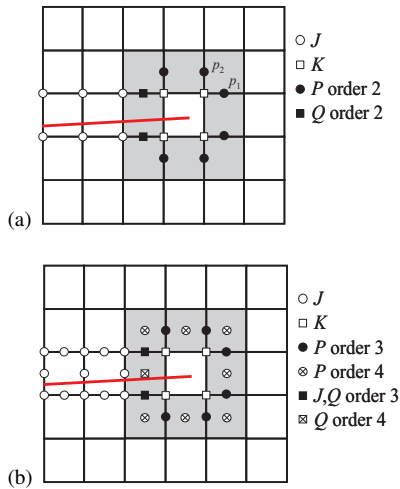


Figura 2. Nodos jerárquicos añadidos en los elementos de transición: (a) lineales; (b) cuadráticos.

5. CÁLCULO DE LOS FACTORES DE INTENSIDAD DE TENSIONES

Para extraer los factores de intensidad de tensiones (FIT) se ha utilizado la integral de interacción [9], que permite obtener K_I y K_{II} en problemas de modo mixto. La integral de interacción en forma de dominio viene dada por

$$I^{(1,2)} = \int_A \left[\sigma_{ij}^{(1)} \frac{\partial u_i^{(2)}}{\partial x_j} + \sigma_{ij}^{(2)} \frac{\partial u_i^{(1)}}{\partial x_j} - W^{(1,2)} \delta_{ij} \right] \frac{\partial q}{\partial x_j} dA \quad (5)$$

donde los campos indicados con el superíndice ⁽¹⁾ son los correspondientes a la aproximación numérica de la solución del problema analizado y los indicados con ⁽²⁾ son campos auxiliares que representan el primer término de los campos asintóticos para los modos I o II, u_i es el campo de desplazamiento en la dirección x_i (sistema de coordenadas locales en el extremo de grieta con x_1 en la dirección en que se extiende la grieta, véase la figura 3), σ_{ij} es el campo de tensiones, ε_{ij} es el campo de deformaciones, $W^{(1,2)}$ es la energía de deformación en términos de los productos interiores $\sigma_{ij}^{(1)} \varepsilon_{ij}^{(2)} = \sigma_{ij}^{(2)} \varepsilon_{ij}^{(1)}$, δ_{ij} es la delta de Kronecker y q es una función de ponderación suficientemente suave que debe valer 0 en el contorno exterior del dominio de extracción y 1 en el extremo de grieta. A partir de (5) se pueden calcular los FIT K_I y K_{II} como

$$K_I = E' I^{(1,1)} / 2, \quad K_{II} = E' I^{(1,II)} / 2 \quad (6)$$

donde $E' = E$ en el caso de tensión plana y $E' = E / (1 - \nu^2)$ en deformación plana, siendo E el módulo de Young y ν el coeficiente de Poisson. La función de ponderación q utilizada en este trabajo toma valor $q = 1$ para los nodos contenidos en un círculo de radio r_q medido desde el extremo de grieta y $q = 0$ para el resto de nodos.

6. RESULTADOS NUMÉRICOS

En esta sección se describen los resultados obtenidos al aplicar el método XFEM con los elementos de transición corregidos. Para analizar el error en la aproximación se ha tomado el clásico problema de Westergaard con solución exacta conocida. Se considera una grieta de longitud $2a$ en una placa infinita cargada biaxialmente con tracciones uniformes en el infinito (figura 3). La solución exacta de este problema para condiciones de modo mixto puede encontrarse en [10].

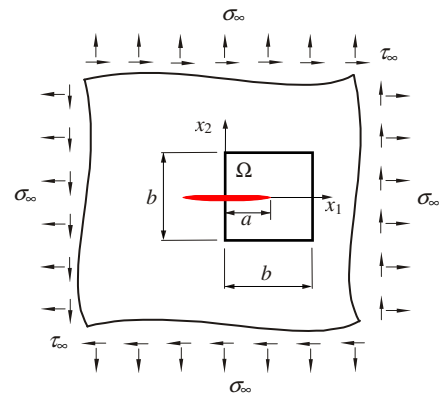


Figura 3. Placa infinita con grieta de longitud $2a$ sometida a una carga biaxial remota σ_∞ y una carga tangencial remota τ_∞ .

Las magnitudes que se analizan son el error local en norma energética y el error en los factores de intensidad

de tensiones. La norma energética de la solución de desplazamientos se define como

$$\|\mathbf{u}\| = \sqrt{\int_{\Omega} \boldsymbol{\sigma}^T \mathbf{D}^{-1} \boldsymbol{\sigma} d\Omega} \quad (7)$$

donde $\boldsymbol{\sigma} = \{\sigma_{11}, \sigma_{12}, \sigma_{22}\}^T$ es el campo de tensiones y \mathbf{D} es la matriz de elasticidad que relaciona las deformaciones con las tensiones. Dada una solución \mathbf{u}^h de elementos finitos con un campo de tensiones $\boldsymbol{\sigma}^h$, el error en norma energética se define como

$$\|\mathbf{e}\| = \|\mathbf{u} - \mathbf{u}^h\| = \sqrt{\int_{\Omega} (\boldsymbol{\sigma} - \boldsymbol{\sigma}^h)^T \mathbf{D}^{-1} (\boldsymbol{\sigma} - \boldsymbol{\sigma}^h) d\Omega} \quad (8)$$

El error se ha calculado a nivel local (de cada elemento).

Para el análisis numérico se ha tomado el dominio finito Ω representado en la figura 3 con $a = 1$ y $b = 2$. En el contorno del dominio se ha impuesto el campo de desplazamientos exacto con condiciones de modo mixto, tales que $K_I = 100$ y $K_{II} = 100$. Las propiedades del material consideradas son módulo de Young $E = 10^7$ y coeficiente de Poisson $\nu = 0.333$. Para los análisis de convergencia se ha utilizado una secuencia de mallas estructuradas de elementos cuadriláteros (lineales y cuadráticos) con 9, 17, 33, 65 y 129 elementos en cada dirección respectivamente. Para extraer los FIT se han calculado las integrales de interacción (5), con $r_q = 0.9$ para definir la función de ponderación q .

En la figura 4 se representan las distribuciones del error local en norma energética obtenido en la malla de 33×33 elementos lineales cuando se utiliza, respectivamente, el esquema de enriquecimiento geométrico con el XFEM estándar y con el elemento de transición corregido. El color más oscuro se corresponde con el valor máximo del error local obtenido en el análisis con XFEM estándar, y los colores más claros con errores más pequeños (el color blanco sería error nulo).

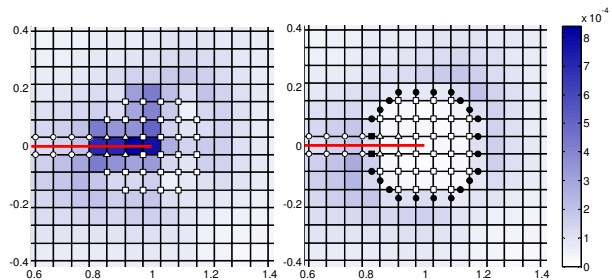


Figura 4. Error en norma energética en la malla de elementos lineales con XFEM estándar (izquierda) y con elementos de transición corregidos (derecha).

Con el XFEM estándar el error es mayor en la zona enriquecida con las funciones singulares, especialmente en los elementos que contienen las caras de grieta. Se observa como la mejora de los elementos de transición reduce notablemente el error en toda la zona enriquecida. La misma información se representa en la

figura 5 para el caso de elementos cuadráticos. En este caso el error con XFEM estándar es mayor en los elementos de transición y al corregirlos aumenta de nuevo la precisión en toda la zona enriquecida.

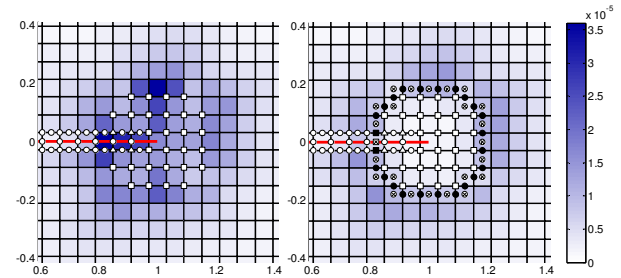


Figura 5. Distribución del error en norma energética en la malla de elementos cuadráticos con XFEM estándar (izquierda) y con elementos de transición corregidos (derecha).

En la figuras 6 y 7 se representa la convergencia del error relativo en el factor de intensidad de tensiones K_I frente al número de grados de libertad para elementos lineales y cuadráticos respectivamente. Se compara el error obtenido con XFEM estándar y corrigiendo los elementos de transición (XFEM+EBE) utilizando tanto enriquecimiento topológico como geométrico. La velocidad de convergencia óptima es 1 para elementos lineales y 2 para cuadráticos.

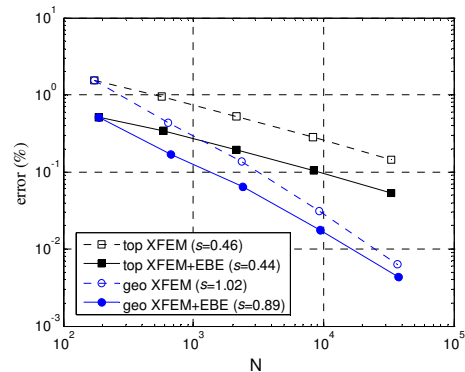


Figura 6. Convergencia del error en K_I para elementos lineales.

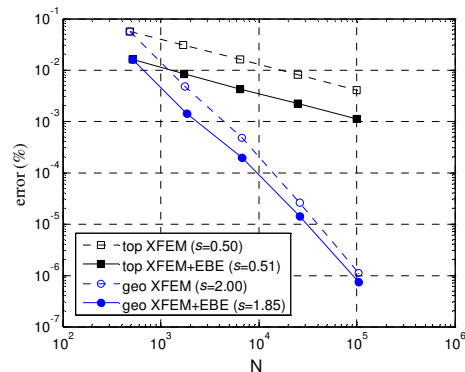


Figura 7. Convergencia del error en K_I para elementos cuadráticos.

Se comprueba que la mejora propuesta en los elementos de transición aumenta siempre la precisión y que para alcanzar la velocidad de convergencia óptima es necesario utilizar el esquema de enriquecimiento geométrico. La misma información se representa en las figuras 8 y 9 para el factor K_{II} .

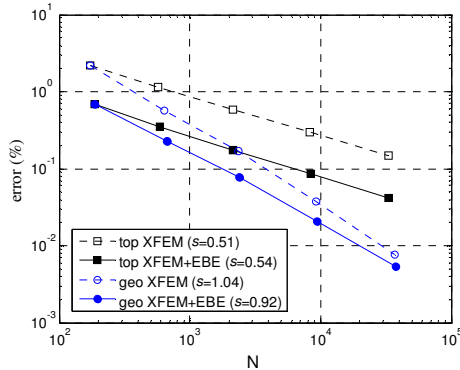


Figura 8. Convergencia del error en K_{II} para elementos lineales.

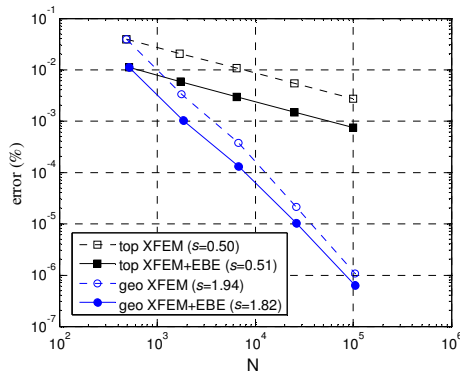


Figura 9. Convergencia del error en K_{II} para elementos cuadráticos.

7. CONCLUSIONES

Se ha conseguido mejorar la precisión en los análisis de MFEL mediante XFEM aumentando el orden polinómico de la aproximación tan sólo en los elementos de transición. Para ello se han añadido funciones de forma jerárquicas en el interior de la zona de transición (implementación sencilla y eficiente). Además de aumentar la precisión de magnitudes globales como los factores de intensidad de tensiones, la mejora introducida reduce el error local en norma energética en los elementos enriquecidos (no sólo en los de transición), lo que indica que los campos de tensiones obtenidos también mejoran.

El aumento de precisión se produce tanto con enriquecimientos de tipo topológico como de tipo geométrico. Se ha comprobado que para obtener la velocidad de convergencia del error óptima es necesario utilizar enriquecimiento de tipo geométrico.

AGRADECIMIENTOS

Los autores desean agradecer el apoyo recibido por parte del Ministerio de Ciencia y Tecnología a través del proyecto de investigación DPI2007-66995-C03-02, y el apoyo de la Conselleria d'Empresa, Universitat i Ciència de la Generalitat Valenciana mediante el proyecto GV06/124.

REFERENCIAS

- [1] Belytschko T, Black T. Elastic crack growth in finite elements with minimal remeshing. *International Journal for Numerical Methods in Engineering* 1999; 45(5):601-620.
- [2] Moës N, Dolbow J, Belytschko T. A finite element method for crack growth without remeshing. *International Journal for Numerical Methods in Engineering* 1999; 46(1):131-150.
- [3] Melenk JM, Babuška I. The partition of unity finite element method: Basic theory and applications. *Computer Methods in Applied Mechanics and Engineering* 1996; 139(1-4):289-314.
- [4] Stazi FL, Budyn E, Chessa J, Belytschko T. An extended finite element method with higher-order elements for curved cracks. *Computational Mechanics* 2003; 31:38-48.
- [5] Chessa J, Wang H, Belytschko T. On the construction of blending elements for local partition of unity enriched finite elements. *International Journal for Numerical Methods in Engineering* 2003; 57(7):1015-1038.
- [6] Laborde P, Pommier J, Renard Y, Salaün M. High-order extended finite element method for cracked domains. *International Journal for Numerical Methods in Engineering* 2005; 64:354-381.
- [7] Béchet E, Minnebo H, Moës N, Burgardt B. Improved implementation and robustness study of the X-FEM for stress analysis around cracks. *International Journal for Numerical Methods in Engineering* 2005; 64:1033-1056.
- [8] Szabó, BA, Babuška, I. *Finite Element Analysis*. John Wiley & Sons, Inc., New York, 1991.
- [9] Moran B, Shih CF. Crack tip and associated domain integrals from momentum and energy balance. *Engineering Fracture Mechanics* 1987; 27(6):615-642.
- [10] Giner E, Fuenmayor FJ, Baeza L, Tarancón JE. Error estimation for the finite element evaluation of G_I and G_{II} in mixed-mode linear elastic fracture mechanics. *Finite Element Analysis and Design* 2005; 41:1079-1104.

COMPORTAMIENTO AL IMPACTO DE MATERIALES PARA LENTES OFTÁLMICAS

P. Artús¹, J.C. Dürsteler¹, A.B. Martínez², A. Segovia²

¹ Departamento de I+D+i, División Lentes. Industrias de Óptica S.A.U.,
Calle Alcalde Barnils 72,
08174 Sant Cugat del Vallès. España
E-mail: pau.artus@indo.es

² Centre Català del Plàstic, Universitat Politècnica de Catalunya,
Calle Colom 114,
08222 Terrassa, España.
E-mail: antonio.martinez@upc.edu

RESUMEN

La importancia que han adquirido polímeros orgánicos termoestables en el campo de la óptica oftálmica ha provocado una sustitución casi completa de los materiales inorgánicos tradicionales como el vidrio. La resina comercial CR-39 se ha convertido en el actual estándar mundial para la fabricación de lentes de bajo índice de refracción. En España, este material termoestable compite con el Superfin, otro estándar introducido por INDO S.A. en 1992. Para estudiar y comparar el comportamiento al impacto de estos dos materiales se han realizado una serie de ensayos de caída de dardo y se ha elaborado un modelo dinámico muelle-amortiguador de flexión de platos para simular su respuesta. Se ha validado el modelo y se ha podido determinar el módulo a flexión y la tensión de rotura. La comparación entre ambos materiales ha evidenciado que el Superfin muestra mejor comportamiento mecánico para la fabricación de lentes oftálmicas.

ABSTRACT

The growing importance of thermoset organic polymers in the field of ophthalmic optics has caused the almost complete substitution of traditional materials, i.e. inorganic glass. Commercial resin CR-39 has become the actual standard for production of low refractive index lenses. In Spain, this material competes with Superfin, another standard introduced by Indo S.A. in 1992. A series of impact experiments have been performed on both materials in order to study and compare their impact behaviour. A lumped mass-spring-damper model has been developed to simulate their response to a hemi-spherical dart indentation. The model has been validated and the flexural modulus and rupture stress have been calculated. Superfin material showed better mechanical behaviour than CR-39 for the manufacture of ophthalmic lenses.

PALABRAS CLAVE: Impacto, Flexión de platos, CR-39, Superfin.

1. INTRODUCCIÓN

En 1947 Armolite Company introdujo en el mercado oftálmico la que se ha convertido en la resina de más común para la fabricación de lentes orgánicas: el CR-39 de la empresa PPG. Desde entonces, este material ha dominado el mercado mundial de lentes poliméricas y se ha ido extendiendo sustituyendo gradualmente al vidrio inorgánico como principal material para la fabricación de lentes oftálmicas. Desde el inicio, los materiales orgánicos han sido muy apreciados por su menor densidad, lo cual se traduce en gafas más ligeras, y porque tienen un comportamiento menos frágil que su correspondiente alternativa mineral, la cual puede romperse más fácilmente cuando sufre pequeños impactos.

Dependiendo de qué área geográfica analicemos, se observa una situación distinta de venta de lentes orgánicas. Por ejemplo, en países asiáticos desarrollados como el japonés, el CR-39 domina claramente el mercado pero una familia específica de materiales de alto índice de refracción basada en poli(tiouretanos) está aumentando su influencia paulatinamente hasta el punto de ya casi superar en número de piezas vendidas al estándar de PPG. Sin embargo, en Estados Unidos, a pesar que el CR-39 también domina el mercado, este material comparte esta posición con el policarbonato, un material termoplástico de altas prestaciones mecánicas. Los mercados europeos también están fuertemente dominados por el CR-39 pero nuevos materiales de alto índice de refracción están viendo incrementadas sus

implantación año tras año. Por ejemplo, en 1992 Industrias de Óptica S.A. (Indo) introdujo en el mercado un material que ha terminado siendo la referencia en el Estado Español: el Superfin 1.523. Este material pertenece a la misma familia química que el CR-39 pero la mitad de su composición contiene un oligómero de poliéster aromático que incrementa su índice de refracción y modifica sus propiedades mecánicas.

Esta gran variedad de materiales, a parte de tener índices de refracción distintos, en muchos casos también se sostiene que poseen propiedades mecánicas mejoradas. Esto ha puesto de manifiesto la necesidad de disponer de nuevos métodos de ensayo que permitan realizar comparativas mejores y más rigurosas, y que permitan una estimación más realista del comportamiento de estos materiales en otras situaciones distintas de las de los ensayos.

En concreto, el estudio de la resistencia al impacto de materiales aplicado a los polímeros oftálmicos puede ser de gran interés, no sólo porque algunas de sus aplicaciones estén relacionadas con el campo de la seguridad, como gafas o pantallas protectoras, sino porque en usos normales estos materiales oftálmicos pueden sufrir pequeños impactos y accidentes que deterioren la estructura del polímero sin daño aparente, afectando su calidad óptica y reduciendo su vida útil.

Los métodos estándar [1-7] para el estudio de la resistencia al impacto, como los péndulos Izod o Charpy, son válidos para comparar materiales pero dan poca información que permita predecir el comportamiento de polímeros en una geometría distinta de las probetas normalizadas o en situaciones que difieran excesivamente del ensayo. Se trata de ensayos uniaxiales del tipo *flexed beam* que se realizan a lo largo de un solo eje y la respuesta viscoelástica de los polímeros depende en gran medida de la dinámica del ensayo.

Siguiendo una aproximación un poco más realista, existen también los ensayos de flexión de platos de altura variable y alta energía como los realizados por laboratorios de análisis independientes o por Chou [8]. Éstos usan un gran número de probetas y dan únicamente información estadística de su resistencia al impacto. Dado que la configuración de estos ensayos es biaxial, representan una mejora respecto los anteriores pero no permiten obtener información importante sobre propiedades del material como el módulo elástico o el coeficiente de restitución, los cuales pueden dar información fundamental sobre su comportamiento.

Sin embargo, los métodos de impacto dinámicos a baja energía [9-13] permiten entender más profundamente el comportamiento de materiales poliméricos para aplicaciones oftálmicas utilizando un número de probetas mucho más reducido.

Este artículo presenta un nuevo método para el análisis de materiales oftálmicos a base de impactos de baja energía. El experimento consiste en un dardo que se deja caer desde poca altura sobre una probeta montada en un soporte anular. La técnica utiliza un modelo mecánico no-conservativo que se resuelve por métodos numéricos y que predice la fuerza de reacción que el material genera durante el impacto de un dardo semiesférico en función del tiempo, el módulo de elasticidad y el coeficiente de restitución.

Como ejemplo, el método se ha aplicado sobre dos polímeros oftálmicos termoestables aparentemente muy similares, el CR-39 y el Superfin, permitiendo caracterizar diferencias en su comportamiento bajo estas condiciones experimentales. El método ya ha sido probado satisfactoriamente en materiales termoplásticos y polímeros reforzados.

2. DETALLES EXPERIMENTALES

2.1. Material y probetas

Para la síntesis de las probetas de CR-39 y Superfin de 5mm de espesor y 70mm de diámetro de valor nominal se usaron métodos estándares de polimerización térmica:

- (a) Las probetas de CR-39 se polimerizaron a partir de dietilenglicol bisalilcarbonato (ADC) de Chemtura. Después de añadir un 3% en peso de peroxicarbonato de isopropil (IPP) de Chemtura, la mezcla se mantuvo agitando durante 30 minutos, se filtró y se inyectó en moldes de vidrio. A continuación, se aplicó un ciclo térmico de 40°C a

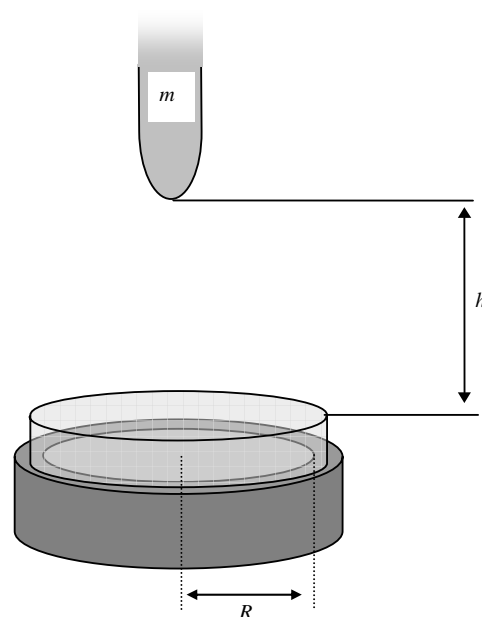


Figura 1. Esquema del montaje experimental para impacto de flexión de platos a baja energía.

90°C durante 22 horas. Después de desmoldear, las probetas se introdujeron durante 1 h más en un horno a una temperatura de 94°C para relajar las tensiones acumuladas durante la polimerización.

- (b) Las probetas de Superfin® fueron fabricadas por Industrias de Óptica S.A.U. con un método industrial análogo al del CR-39.

2.2. Ensayo de flexión de platos

Los ensayos de flexión de platos por caída de dardo se realizaron en un aparato Ceast Dartvis con un dardo semiesférico de 12.7 mm de diámetro y 0.7043 Kg o .5033 Kg de peso. Las probetas se montaron sobre un soporte anular de radio interno $R = 30$ mm, como se muestra en la figura 1. La metodología seguida ha consistido en ensayar cada probeta únicamente una vez y aumentar paulatinamente la altura de caída de dardo hasta que las probetas han roto sistemáticamente.

Se registró la fuerza de resistencia al impacto generada por las probetas con una piezoeléctrico situado en la punta del dardo a razón de 1 millón de datos por segundo (1 MHz) durante 5 ms. La velocidad de impacto v_0 se registró usando un dispositivo de inducción de doble puerta.

La fuerza en función del tiempo $F(t)$ se interpretó usando la segunda ley de Newton, ecuación (1), donde $\ddot{\alpha}$ corresponde a la aceleración del dardo y m a su masa.

$$F(t) = m\ddot{\alpha} + mg \quad (1)$$

Integrando dos veces la ecuación 1, se puede calcular el desplazamiento α del dardo, ecuación (2).

$$\alpha = v_0 t - \frac{1}{m} \int_0^t \int_0^t F(t) dt^2 + \frac{1}{2} g t^2 \quad (2)$$

Experimentalmente, $\alpha(t)$ se calculó integrando numéricamente la curva obtenida y cruzando los datos con $F(t)$ se ha obtenido $F(\alpha)$.

2.3. Coeficiente de restitución

El coeficiente de restitución ε es un parámetro empírico que mide la energía perdida durante el impacto. Como se muestra en la ecuación (3), se define como el cociente entre la velocidad inmediatamente antes (v_0) y después (v_1) del contacto del dardo con la probeta.

$$\varepsilon = \frac{v_1}{v_0} \quad (3)$$

Este parámetro se puede asociar con el comportamiento elástico e inelástico del material estudiado. Para valores más cercanos a 1, el material tendrá un comportamiento más elástico y menos energía se disipará durante el impacto. Este parámetro se puede calcular también experimentalmente a partir de la integración de la curva $F(t)$ tal y como muestra la ecuación (4).

$$\varepsilon = \frac{\int_0^t F(t) dt}{mv_0} - 1 \quad (4)$$

3. MODELO

El comportamiento de un dardo semiesférico impactando contra una probeta en forma de disco montada en un soporte anular se puede simular con un modelo muelle-amortiguador como el de la figura 2. El modelo completo está constituido por dos mecanismos acoplados, uno de indentación y otro de flexión. La parte superior del esquema corresponde al mecanismo de indentación, compuesto por un muelle que sigue la ley de Hertz y un amortiguador en disposición en serie de constantes K_i y C_i , respectivamente. Los mismos elementos pero en disposición paralela constituyen la parte del modelo de flexión. En este caso, la constante de flexión del muelle K_f sigue la ley de Hook mientras que C_f corresponde a la constante del amortiguador.

Las ecuaciones (1), (5), (6), (7), (8), (9) y (10) describen el comportamiento del sistema. Dado que no existe solución analítica, deben resolverse usando métodos numéricos. Para el presente trabajo, se ha usado el método de Runge-Kutta de 4° orden para resolverlo.

$$\alpha = \alpha_1 + \alpha_2 + \alpha_3 \quad (5)$$

$$F_{C_i} = -C_i \dot{\alpha}_2 \quad (6)$$

$$F_{C_f} = -C_f \dot{\alpha}_3 \quad (7)$$

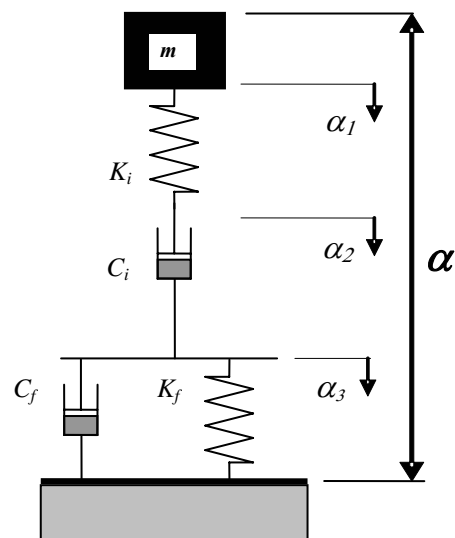


Figura 2. Esquema del modelo muelle-amortiguador para el mecanismo de impacto de flexión de platos.

$$F_{K_i} = -K_i \alpha_1^{3/2} \quad (8)$$

$$F_{K_f} = -K_f \alpha_3 \quad (9)$$

$$m\ddot{\alpha} + mg = -K_f \alpha_3 - K_i \alpha_1 - C_f \dot{\alpha}_3 - C_f \dot{\alpha}_2 \quad (10)$$

Las ecuaciones 6 y 7 describen el comportamiento inelástico de los amortiguadores mientras que las ecuaciones 8 y 9 expresan el comportamiento elástico de los muelles siguiendo la ley de Hertz y de Hook, respectivamente. El símbolo $\dot{\alpha}$ corresponde a la velocidad del dardo durante la indentación, mientras que los símbolos α_1 , α_2 y α_3 describen los desplazamientos parciales de cada elemento o grupo de elementos.

El modelo completo se cumple cuando el desplazamiento α es menor que la mitad del espesor de la probeta y no hay rotura de la misma.

Para materiales isotrópicos, la constante de elasticidad K_i se puede relacionar con el módulo de elasticidad E_i usando la ley de Hertz, ecuación (11), donde r es el radio del indentador. De manera similar, K_f se puede relacionar con el módulo de elasticidad E_f usando la ley de Hook, ecuación (12). También puede relacionarse linealmente con la carga.

$$K_i = \frac{4}{3} \frac{\sqrt{r}}{(1-\nu^2)} E_i \quad (11)$$

$$K_f = \frac{4\pi}{3} \frac{d^3}{(1-\nu)(3+\nu)R^2} E_f \quad (12)$$

Cuando se rompe la probeta, usando los gráficos $F(\alpha)$ se puede estimar E_f a partir de la pendiente a pequeñas deformaciones. Sin embargo, no es muy exacto por los efectos dinámicos que llevan incorporadas oscilaciones sobre la curva. Para ello se puede utilizar la ecuación 9.

En el caso que la gráfica sea lineal porque no hay deformación plástica durante la flexión, toda la recta hasta el punto de rotura tiene que ser lineal y entonces podemos calcular la tensión de rotura en tracción a partir de la carga máxima usando la ecuación (13).

$$\sigma_t = \frac{F_{\max}}{d^2} \left[(1+\nu) \left(0.485 \cdot \log\left(\frac{R}{d}\right) + 0.52 \right) + 0.48 \right] \quad (13)$$

, donde R corresponde al radio del soporte anular, d al espesor de la probeta y ν al coeficiente de Poisson.

4. RESULTADOS Y DISCUSIÓN

Con el objetivo de evaluar la validez del modelo para materiales oftálmicos altamente reticulados se han realizado una serie de impactos a distintas velocidades de caída de dardo sobre los materiales CR-39 y Superfin.

Para el ajuste del modelo numérico sobre la curva experimental se han variado los valores del módulo elástico de flexión, y de los coeficientes de los amortiguadores, estimando un valor para el coeficiente de Poisson. Para el módulo elástico de indentación E_i , se han usado valores descritos en trabajos anteriores [14]. Como se puede observar en la figura 3, el ajuste conseguido es muy satisfactorio.

La representación del desplazamiento experimental y numérico del dardo en función del tiempo como se

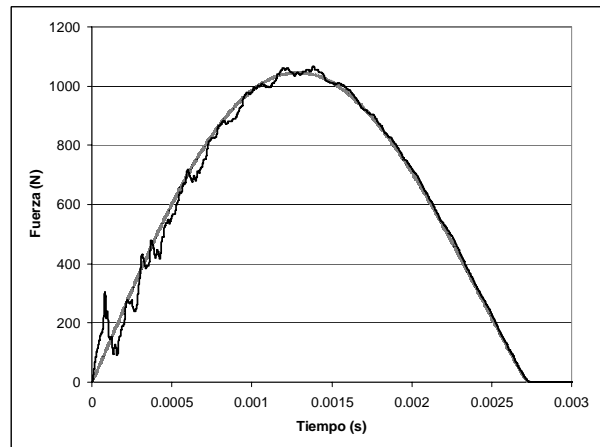


Figura 3. Gráfico de la curva $F(t)$ numérica (línea discontinua) sobre la experimental (línea continua).

observa en la figura 4 permite apreciar también la calidad del ajuste. Asimismo, la curva numérica se puede descomponer en sus componentes elásticas e inelásticas, a y b en la figura 4, correspondientes a los muelles y a los amortiguadores, respectivamente. Este gráfico permite apreciar la contribución de cada mecanismo en el total del desplazamiento poniendo de manifiesto que ambos mecanismos están presentes durante todo el proceso de impacto. Es especialmente relevante el hecho que la componente inelástica está presente también durante el movimiento de retroceso del dardo después de haber alcanzado la profundidad máxima.

La tabla 1 resume las condiciones experimentales de los ensayos usados para ajustar el modelo, así como los valores de fuerza máxima, coeficientes de restitución, indentación máxima y módulo elástico obtenidos experimentalmente y con el modelo numérico. Todos los valores numéricos de estos parámetros predichos por el modelo concuerdan satisfactoriamente con los experimentales. Las pequeñas diferencias, inferiores al 5%, pueden atribuirse al error experimental del ensayo.

No se observa para este tipo de materiales termoestables que las variaciones de los valores del módulo elástico de flexión dependan de la velocidad del impacto dentro

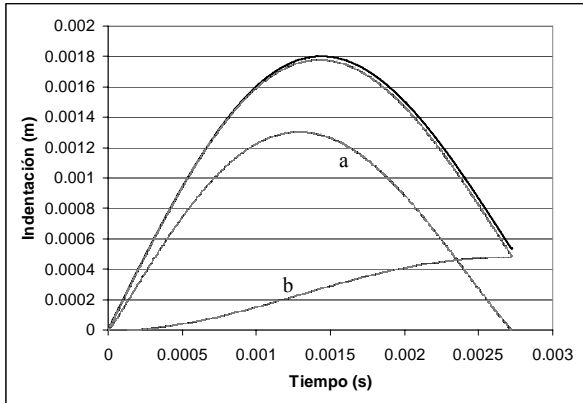


Figura 4. Gráfico de la curva indentación frente al tiempo $\alpha(t)$ experimental (línea continua) y de la predicción por el modelo (línea discontinua). a) Componente elástico de α . b) componente inelástico de α .

del rango ensayado. Sin embargo, si que se observa que el valor del coeficiente de restitución aumenta ligeramente con la velocidad del ensayo.

Dado que $F(\alpha)$ de las probetas rotas muestra que su comportamiento es lineal hasta rotura, el análisis de la fuerza máxima frente a la velocidad de impacto para la totalidad de las probetas se puede usar para determinar a qué valor de carga se inicia la fractura. La gráfica del tiempo de contacto frente a la velocidad de impacto de la figura 5 permite distinguir las probetas fracturadas con un $t_{\text{contacto}} < 2.5$ ms, de las no fracturadas con un $t_{\text{contacto}} > 2.5$ ms. Para calcular la tensión de rotura se ha usado la ecuación (13). De esta manera, el CR-39 ha mostrado un valor de carga máxima de 1895 N y una tensión de ruptura de 147.1 N/mm^2 , mientras que para el Superfin la carga máxima ha sido de 3539 N, resultando en una tensión de ruptura de 228.3 N/mm^2 .

Cuando se han comparado los resultados obtenidos para ambos materiales, se ha observado que aunque el módulo elástico a indentación que se ha obtenido en anteriores trabajos es parecido, el módulo a flexión es superior en el Superfin. Asimismo, la tensión de ruptura del Superfin ha sido claramente superior a la del CR-39

y casi ha llegado a doblarla. También cabe destacar que los coeficientes de restitución a alta velocidad se han observado ligeramente superiores en el Superfin.

Estas diferencias se pueden atribuir a la distinta composición de ambos materiales. Mientras el CR-39 es un polímero termoestable altamente reticulado fabricado en su totalidad a partir del monómero alifático dietilenglicol bisalilcarbonato, el Superfin contiene un 50% del mismo producto y un 50% de un oligómero de poliéster aromático reticulable de alto peso molecular. La inclusión de una proporción elevada de cadenas largas aumenta significativamente la distancia entre nodos de reticulación, lo que permite un deslizamiento mayor entre cadenas antes de llegar a rotura. La mejora de deformabilidad del material puede explicar una

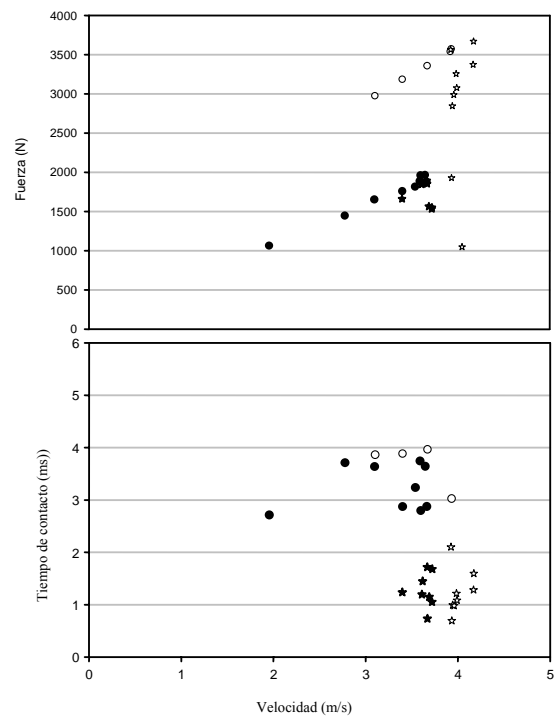


Figura 5. Gráficos F_{max} frente v_0 (superior) y t_{contacto} frente v_0 (inferior) para las probetas de CR-39 (negro) y las de Superfin (blanco). Probetas no fracturadas (●). Probetas fracturadas (★).

TABLA 1	h (mm)	V_0 (m/s)	$Peso$ (Kg)	Experimental			Numérico					
				F_{max} (N)	ε	α_{max} (mm)	F'_{max} (N)	ε'	α'_{max} (mm)	E_i (GPa)	E_f (GPa)	σ_r (N/mm ²)
CR-39	200	1.98	0.503	1067.1	0.777	1.77	1045.0	0.779	1.77	2.66	3.50	147.1
	400	2.80	0.503	1448.4	0.814	2.59	1412.4	0.805	2.61		3.45	
	500	3.13	0.503	1655.0	0.810	2.82	1610.0	0.802	2.88		3.50	
Superfin	100	1.40	0.704	979.8	0.784	1.40	971.1	0.818	1.37	2.67	3.80	228.3
	300	2.43	0.704	1725.3	0.793	2.30	1706.2	0.821	2.26		3.80	
	400	2.80	0.704	2049.0	0.886	2.47	2009.9	0.853	2.54		3.80	
	500	3.13	0.704	2432.4	0.863	2.93	2385.9	0.882	2.88		3.90	

mayor tensión de rotura y un aumento del módulo elástico a flexión, también incrementado por las interacciones entre los anillos aromáticos del poliéster.

Teniendo en cuenta los resultados de trabajos anteriores sobre indentación dinámica a baja energía, el comportamiento mecánico de estos dos materiales difiere más significativamente en el módulo de flexión que en el de indentación. En el presente estudio, el Superfin se muestra como un material posiblemente más adecuado para la fabricación de lentes oftálmicas ya que su tensión de rotura mayor y módulo elástico de flexión son más elevados. Un hipotético usuario de gafas puede beneficiarse de ambas propiedades al traducirse en una lente más resistente a posibles impactos de baja energía como los que pueden sufrir unas gafas en la vida cotidiana.

5. CONCLUSIONES

Los resultados presentados en este trabajo concuerdan satisfactoriamente con el modelo propuesto para el análisis de materiales termoestables para la óptica oftálmica. Con este modelo es posible predecir satisfactoriamente la reacción de estos materiales al impacto de baja energía. Además, el modelo permite obtener parámetros intrínsecos del material como el módulo de elasticidad a flexión y estimar el coeficiente de Poisson. También ha sido posible calcular la tensión de rotura a partir de la fuerza máxima registrada. A modo de ejemplo, ha sido posible comparar el CR-39 y el Superfin, dos materiales aparentemente similares que han mostrado diferencias significativas del módulo elástico a flexión y de la tensión de rotura. Concretamente, el Superfin ha mostrado un valor del módulo de flexión más alto así como una tensión de rotura más elevada lo cual puede significar una beneficio respecto al CR-39 para la fabricación de lentes oftálmicas.

REFERENCIAS

- [1] Timoshenko; Goodier, *Theory of Elasticity*. 3rd ed.; McGraw-Hill: New York, 1982.
- [2] Williams, J. G., *Fracture mechanics of polymers*. ed.; Ellis Horwood Limited: Chichester, 1984.
- [3] Williams, J. G., The analysis of dynamic fracture using lumped mass-spring models. *Int. J. Fracture* 1987, 33, 47-59.
- [4] Kinloch, A. J.; Young, R. J., *Fractures behavior of polymers*. ed.; Applied Science Publications: 1983.
- [5] Ward, I. M.; Hadley, D. W., *Mechanical Properties of solid polymers*. ed.; Willey: 1996.
- [6] Cairaghi, T., *Fractures mechanics of polymers*. Critical evaluation of linear elastic behavior at high speed testing. *Journal of Material Science* 1988, (23), 459-466.
- [7] Sanchez-Soto, M. Comportamiento mecánico y fractura de mezclas de poliestireno y microesferas de vidrio. Universitat Politècnica de Catalunya, Barcelona, 2000.
- [8] Chou, B.R., Gupta A., Hovis, J.K., The effect of multiple antireflective coatings and center thickness on the resistance of polycarbonate spectacle lenses to penetration by pointed missiles. *Optometry and Vision Science* 2005, 82, 964-969.
- [9] Sullcahuaman, J. A. Fractura de materiales poliméricos a altas velocidades de sollicitación. Universitat Politècnica de Catalunya, Barcelona, 2001.
- [10] Jiménez, O.; Sullcahuaman, J. A.; Sanchez-Soto, M.; Martínez, A. B., Low energy impact evaluation using non conservative models. *Int. J. Sol. Struct.* 2005, 42, 5758-5764.
- [11] Martínez, A. B., Impacto de Plásticos: Impacto de baja energía. Información tecnológica. 19-24.
- [12] Martínez, A. B.; Agulló, J.; Jiménez, O.; Sullcahuaman, J. A.; Sánchez-Soto, M.; MasPOCH, M. L.; Velasco, J. I.; Santana, O. O.; Gordillo, A. In *Impacto de baja energia en composites de poliestireno*, Congreso Nacional de Materiales Compuestos, Gijón, Spain, 2001.
- [13] Jiménez Arévalo, O. A. Comportamiento a la Fractura de Composites con Matriz de poliestireno. Universitat Politècnica de Catalunya, Terrassa, 2002.
- [14] Artús, P., Dürsteler J.C., Martínez A.B.. *Low-energy dynamic indentation method for analysis of ophthalmic materials*. *Opt Vis Sci* 85 (2008) 49-53.

MODELADO CON CONTACTO DE CARAS DE GRIETA DE PROBLEMAS DE FRETTING-FATIGA MEDIANTE X-FEM

M. Sabsabi, E. Giner, M. Tur, F.J. Fuenmayor

Departamento de Ingeniería Mecánica y de Materiales,
Universidad Politécnica de Valencia, Camino de Vera s/n,
46022 Valencia, España.

E-mail: mosab@doctor.upv.es; eginerm@mcm.upv.es

RESUMEN

En este trabajo se presenta el modelado de problemas de la MFEL que conllevan cierre y contacto de las caras de grieta mediante el método extendido de los elementos finitos (X-FEM). La metodología propuesta se ha implementado en el código comercial ABAQUS y se ha validado mediante un ejemplo de referencia. La estimación de K_{II} se ha realizado a través de la integral de dominio equivalente a la integral J modificada con una integral de contorno para incluir el efecto de las tracciones en caras de grieta. La técnica presentada se ha aplicado también a un problema de fretting fatiga, situación en la que la estimación de K_{II} en condiciones de cierre de grieta es importante para modelar el crecimiento de grieta en la fase I de propagación. El efecto del coeficiente de fricción entre las caras de grieta se ha estudiado paramétricamente, evaluando su influencia en el rango ΔK_{II} a lo largo de ciclos de carga y descarga.

ABSTRACT

In this work, the modeling of LEFM problems that imply crack face closure and contact using X-FEM (extended finite element method) is presented. The proposed methodology has been implemented in the framework of the commercial code ABAQUS and has been validated through a reference problem. The estimation of K_{II} has been accomplished by means of a domain integral equivalent to the J -integral modified with a contour integral to include the effect of crack face tractions. The proposed technique has also been applied to a fretting fatigue problem, where the estimation of K_{II} under crack closure conditions plays an important role for the stage I modeling of fatigue crack propagation. The effect of the crack face friction coefficient has been studied parametrically and its influence on the range ΔK_{II} has been ascertained during loading and unloading cycles.

PALABRAS CLAVE: Contacto caras de grieta; X-FEM; fretting-fatiga.

1. INTRODUCCIÓN

Mayoritariamente, los estudios de propagación de grieta basados en el enfoque de mecánica de fractura se han centrado en los mecanismos de apertura de grieta en modo I [1]. Sin embargo, en fretting fatiga y otros problemas sometidos a estados de carga complejos, el extremo de grieta en la fase de propagación experimenta un modo mixto de apertura de grieta [1,2]. Además, en fretting fatiga la variación de las cargas aplicadas es no proporcional y el ratio entre los FITs no permanece constante durante los ciclos de carga [1,3-5].

En estas condiciones de carga, las grietas generadas tras la fase de nucleación experimentan procesos de cierre de grieta con contacto entre sus caras, pudiendo encontrarse en estado de adhesión o deslizamiento con fricción [4,6]. La evolución no lineal del estado de grieta y su configuración son fuertemente dependientes del coeficiente de fricción considerado entre las caras e influyen de manera importante en los valores de K_{II} [7].

Es habitual considerar dos fases en la propagación de grieta. La fase I se presenta en los primeros estadios de la propagación y está esencialmente controlada por el modo II [8,9]. La fase II está regida por el crecimiento en modo I y es la que prácticamente domina la mayor parte de la etapa de propagación. Los criterios utilizados en cada una de las fases para predecir la orientación de grieta son diferentes. Uno de los parámetros decisivos que afectan a la orientación y propagación de grieta en la fase I es ΔK_{II} , parámetro que controla el crecimiento coplanar en modo II [9].

En este trabajo se ha estudiado el efecto del coeficiente de fricción entre caras de grieta en el factor de intensidad de tensiones K_{II} en condiciones de fretting fatiga. Para ello, se ha planteado un modelado numérico bidimensional del problema mediante el método de los elementos finitos extendido (X-FEM) [10] y se ha calculado el valor de K_{II} en condiciones de grieta cerrada utilizando la integral de dominio J , considerando el efecto de las tracciones en caras de grieta a través de una integral de contorno.

2. IMPLEMENTACIÓN X-FEM CON CONTACTO EN CARAS DE GRIETA

En los últimos años el método X-FEM [10] se ha mostrado como una herramienta muy eficiente para el modelado numérico de grietas de la MFEL, presentando grandes ventajas. La principal es que no necesita la generación de una malla que tenga en cuenta la discontinuidad geométrica ocasionada por la presencia de las caras de grieta. Por consiguiente, una única malla generada inicialmente es utilizada para cualquier longitud y orientación de grieta. En [11] se combinan las ventajas del método X-FEM y las opciones que presenta el programa comercial ABAQUS para modelar el contacto entre indentador y probeta en presencia de grietas. En el presente trabajo se introduce una metodología de permite analizar el contacto en las caras de grieta y sus efectos. En el método X-FEM, la discontinuidad generada por la presencia de las caras de grieta se formula implícitamente mediante la adición de grados de libertad adicionales en ciertos nodos (nodos enriquecidos). La solución aproximada de X-FEM para un punto de coordenadas \mathbf{x} viene dada por [10]

$$\mathbf{u}_{\text{cr}}(\mathbf{x}) = \sum_{i \in I} N_i(\mathbf{x}) \mathbf{u}_i + \sum_{j \in J} N_j H(\mathbf{x}) \mathbf{a}_j + \sum_{k \in K} N_k \left(\sum_{l=1}^4 F_l(r, \theta) \mathbf{b}_k^l \right) \quad (1)$$

donde I es el conjunto de todos los nodos de la malla, J es el subconjunto de nodos que se enriquecen con la función de discontinuidad $H(\mathbf{x})$ (marcados con círculos en la Fig. 1) y K es el subconjunto formado por los nodos enriquecidos con funciones $F_l(r, \theta)$ que reproducen el campo asintótico de extremo de grieta (marcados con cuadrados en la Fig. 1). Por otra parte, $N_i(\mathbf{x})$, \mathbf{u}_i son las funciones de forma y los grados de libertad (gdl) convencionales de cada nodo i , \mathbf{a}_j son los gdl adicionales asociados a las funciones de Heaviside $H(\mathbf{x})$ y \mathbf{b}_k^l los gdl adicionales asociados a las funciones de extremo de grieta.

La implementación X-FEM del contacto en caras de grieta se ha llevado a cabo mediante elementos unidimensionales tipo barra de 2 nodos y 2 gdl por nodo (denominados T2D2 en ABAQUS [12]). En cada punto donde la geometría de la grieta corta al lado de un elemento se crean dos nodos en la misma ubicación (p.ej. P y Q en la Figura 1). Los gdl de estos nodos se vinculan a la solución de X-FEM a través de las ecuaciones de restricción (2) y (3). Para puntos de corte entre dos nodos tipo Heaviside se deberá cumplir:

$$\mathbf{u}_P = \sum_{i=1}^2 N_i(\mathbf{x}_P) [\mathbf{u}_i + (H(\mathbf{x}_P) - H(\mathbf{x}_i)) \mathbf{a}_i] \quad (2)$$

y análogamente para el punto Q. Para puntos de corte entre dos nodos con enriquecimiento de extremo de grieta (puntos R y S en la Fig. 1):

$$\mathbf{u}_R = \sum_{i=1}^2 N_i(\mathbf{x}_R) \left[\mathbf{u}_i + \sum_{j=1}^4 (F_j(\mathbf{x}_R) - F_j(\mathbf{x}_i)) \mathbf{b}_i^j \right] \quad (3)$$

En las Ecs. (2) y (3) el sumatorio se extiende a los nodos enriquecidos que pertenecen al lado del elemento intersectado, ya que las funciones de forma del resto de nodos se anulan en dicho lado (propiedad de “soporte compacto”). Para generar las superficies de contacto a lo largo de las caras de grieta, los nodos que definen la cara superior de la grieta (p.ej. nodos R y F) y la cara inferior (p.ej. S y D) se unen mediante elementos unidimensionales de rigidez despreciable. Con la formulación de las Ecs. (2) y (3) en la que se resta el valor de las funciones de enriquecimiento en los nodos se garantiza que los gdl standard \mathbf{u}_i coinciden con los desplazamientos físicos. Para garantizar que los nodos F y D representan adecuadamente el extremo de grieta, se introduce otra ecuación de restricción que iguala sus gdl.

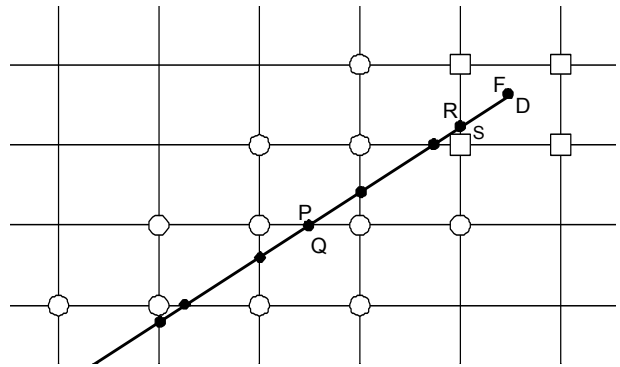


Figura 1. Nodos adicionales para el contacto de caras de grieta en X-FEM

3. INTEGRAL DE DOMINIO CON CONTACTO EN CARAS DE GRIETA

La integral de dominio J en un problema bidimensional con comportamiento elástico, en ausencia de fuerzas por unidad de volumen y en caras de grieta, viene dada por:

$$J = \int_{\Omega} \left(\sigma_{ij} \frac{\partial u_j}{\partial x_i} - W \delta_{ii} \right) \frac{\partial q_i}{\partial x_i} d\Omega \quad (4)$$

donde W es la densidad de energía de deformación, σ_{ij} y u_i los campos solución del problema en el dominio Ω (Fig. 2), y q es una función de ponderación que toma el valor 1 en el extremo de grieta y 0 en el contorno exterior y permite la conversión de la integral J en integral de dominio. Si se consideran las tracciones en caras de grieta la Ec. (4) queda modificada de la forma siguiente [7]:

$$J = \int_{\Omega} \left(\sigma_{ij} \frac{\partial u_j}{\partial x_i} - W \delta_{ii} \right) \frac{\partial q_i}{\partial x_i} d\Omega - J_P \quad (5)$$

donde el término J_P es la siguiente integral de contorno:

$$J_P = \int_{\Gamma_3} \left(T_i \frac{\partial u_j}{\partial x_i} q_i \right) d\Gamma \quad (6)$$

con $\Gamma_s = \Gamma_2 \cup \Gamma_4$, (ver Fig. 2) y $T_i = \sigma_{ij} n_j$ es el vector de tracciones en caras de grieta.

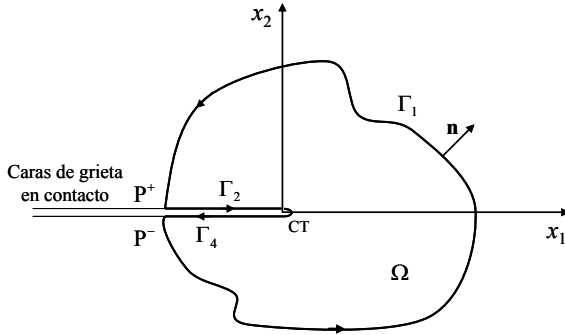


Figura 2. Dominio y contorno para la integral J

Como $n_1 = 0$ en Γ_2, Γ_4 , y si se define $\Delta U_1 = u_{1,\Gamma_2} - u_{1,\Gamma_4}$ como el desplazamiento tangencial relativo entre puntos homólogos de las caras de grieta, se puede escribir $\frac{\partial(\Delta U_1)}{\partial x_1} = \frac{\partial(u_{1,\Gamma_2})}{\partial x_1} - \frac{\partial(u_{1,\Gamma_4})}{\partial x_1}$, resultando:

$$J_P = \int_{CT}^P \sigma_{12} \frac{\partial(\Delta U_1)}{\partial x_1} q_1 dx_1 \quad (7)$$

que corresponde a una integral de contorno a lo largo de la cara de grieta entre el extremo de grieta CT y el punto P donde corta el contorno Γ_1 a las caras de grieta (habiendo asumido que es el mismo en ambas caras, P^+ y P^-). En el caso de que la tensión tangencial σ_{12} sea constante entre P y CT, y puesto que en el extremo de grieta se cumple $\Delta U_1(x_{CT}) = 0$ la integral J_P se simplifica si se toma un radio r_q para la función q dentro del cual $q = 1$, resultando:

$$J_P = \sigma_{12} \Delta U_1(x_P) \quad (8)$$

4. VALIDACIÓN DE LA IMPLEMENTACIÓN DE X-FEM CON CONTACTO EN CARAS DE GRIETA

Para validar la implementación se ha considerado el problema de una placa infinita que contiene una grieta de longitud $2a$, en un material elástico lineal, homogéneo e isótropo, sometido a tensiones tangenciales y de compresión (Fig. 3 con $W/a = \infty$). La solución analítica de este problema para K_{II} se puede encontrar en [7] y es:

$$K_{II,ex} = \sqrt{\pi a} (\tau - f\sigma) \quad (9)$$

donde f es el coeficiente de fricción entre caras de grieta y τ, σ son las tensiones aplicadas remotamente. El valor

de K_{II} se ha calculado utilizando la implementación del contacto en caras de grieta en X-FEM. Puesto que el extremo de grieta permanece cerrado, $K_I = 0$ y el valor de K_{II} , se puede calcular como:

$$K_{II,ef} = \sqrt{J E'} \quad (10)$$

con J calculada mediante (5) siendo $E' = E$ en tensión plana y $E' = E(1-\nu^2)$ en deformación plana.

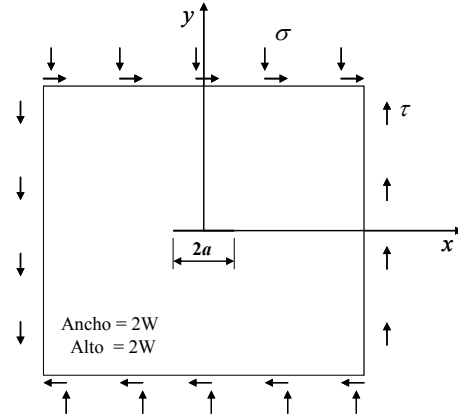


Figura 3. Grieta sometida a tensiones tangenciales y de compresión

En la solución numérica del problema se ha tomado $a = 1, W/a = 10, E = 1$ unidades de presión y $\nu = 0.333$. El tamaño mínimo de elemento es $h_e/a = 0.23$, y las tensiones aplicadas $\sigma = 5$ (compresión) y $\tau = 5$. La Fig. 4 muestra la deformada en el entorno del extremo izquierdo de grieta, donde se aprecia el desplazamiento relativo entre los nodos P y Q.

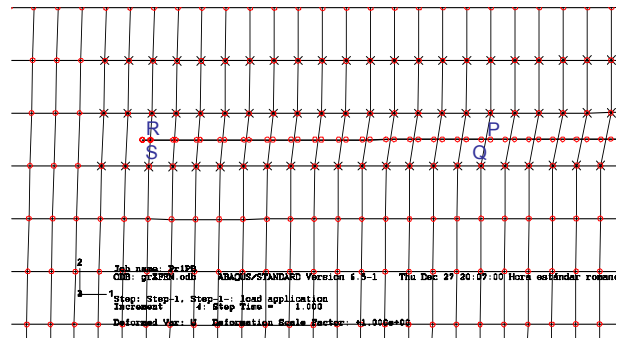


Figura 4. Malla con XFEM, mostrando el extremos izquierdo de grieta

El problema se ha resuelto para los coeficientes de fricción $f = 0, 0.1, 0.2, 0.3, 0.4$ y 0.5 . La Fig. 5 muestra el efecto de f en el desplazamiento relativo tangencial a lo largo de la grieta, observándose que ΔU_1 disminuye a medida que f crece. La Fig. 6 muestra cómo aumentan las tensiones tangenciales en caras de grieta al aumentar f . En este problema se observa un valor constante de las tracciones $q(x) \equiv \sigma_{12}(x)$ a lo largo de las caras de grieta dado que $p(x)$ es constante y se cumple que $q(x) = fp(x)$ al estar deslizando todos los puntos de la grieta (como se muestra en la Fig. 5).

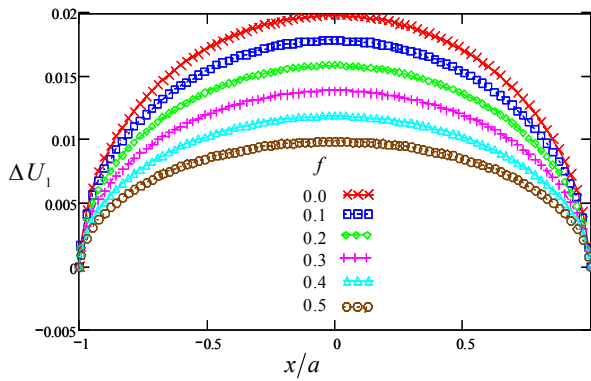


Figura 5. Desplazamiento relativo tangencial

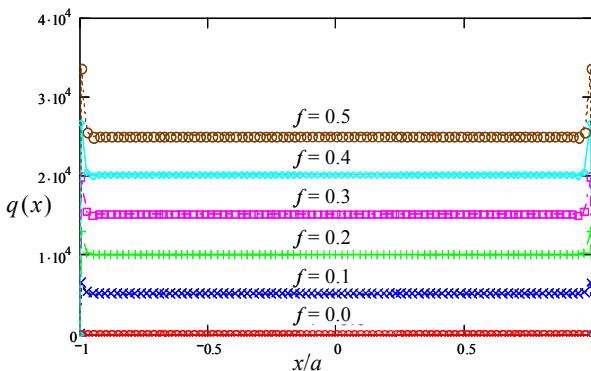
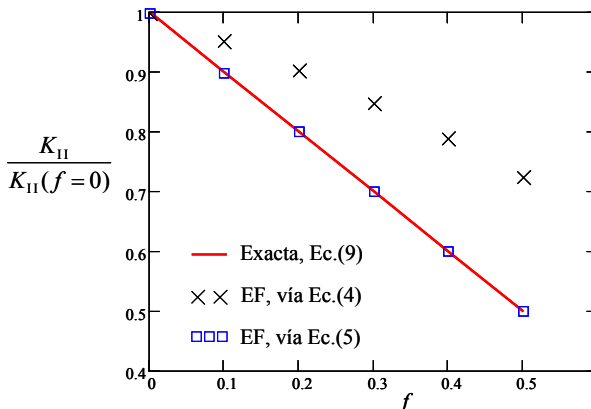


Figura 6. Distribución de las tensiones tangenciales

Se ha calculado el FIT K_{II} para los seis valores del coeficiente de fricción, utilizando los resultados mostrados en las Figs. 5 y 6 y las ecuaciones (4), (5) y (10). Para la función q , se ha tomado un radio $r_q/a = 0.5$. La relación obtenida entre K_{II} y f se muestra en la Fig. 7.


 Figura 7. Problema de referencia. Relación FIT vs. f .

Se aprecia que los valores calculados con la implementación X-FEM y la integral J modificada (5) coinciden prácticamente con los valores exactos. Se observa también que la no inclusión del término corrector J_p , Ec. (4), introduce un error considerable.

5. APLICACIÓN A GRIETA EN CONDICIONES DE FRETING - FATIGA

El modelo de fretting analizado corresponde al problema en condiciones de contacto completo

mostrado en la Fig. 8. Las dimensiones del modelo son $h = c = e = 10$ mm, $w = 40$ mm. El material es aluminio 7075-T6, con $E = 72$ GPa y $\nu = 0.3$. El coeficiente de fricción tomado en el contacto entre indentador y probeta es $f_{ind} = 0.8$ [10].

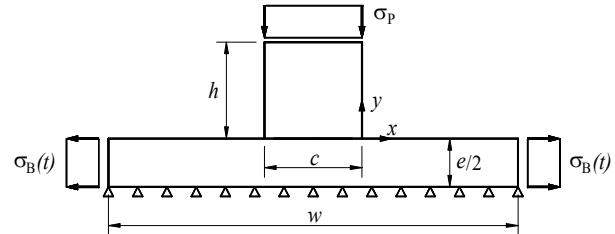


Figura 8. Problema de fretting en contacto completo

La secuencia de la aplicación de las cargas en función del tiempo se muestra en la Fig. 9. Se han considerado 8 pasos en el análisis. En el primer paso, se aplica únicamente la carga normal hasta su valor máximo $\sigma_p = 80$ MPa. A partir del segundo paso se aplica la carga cíclica en la probeta incrementando hasta su valor máximo $\sigma_{B,max} = 120$ MPa y evolucionando con $R = -1$.

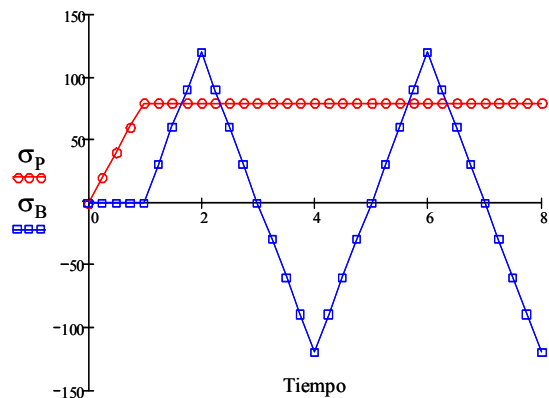


Figura 9. Evolución de las cargas aplicadas

Para el establecimiento de una grieta inicial, se ha analizado la zona de nucleación en el entorno del extremo de la zona de contacto del indentador [13]. Con el fin de determinar el ángulo de nucleación de la grieta inicial, se ha resuelto numéricamente el modelo de la Fig. 8 (sin grieta) y se ha aplicado el criterio del plano crítico (McDiarmid). El resultado obtenido es un ángulo de $\theta = 14^\circ$ medido desde la superficie del contacto del indentador (ver Fig. 10). Además, se ha tomado una grieta de longitud inicial $a_0/c = 0.04$.

En principio el valor de f en las caras de grieta es de difícil estimación. Por ello, se ha estudiado paramétricamente el efecto de f en el valor de K_{II} , tomando $f = 0.0, 0.2, 0.4, 0.6, 0.8$ y 1.0 . La Fig. 11 muestra la distribución del desplazamiento relativo tangencial a lo largo de la grieta para dos valores de f y para el rango de tiempo t de 6 a 8 en el que se puede considerar que se ha alcanzado condiciones de "shakedown". La coordenada x_1 está referida al sistema de extremo de grieta mostrado en la Fig. 2.

de fricción en caras de grieta. Se observa cómo la variación puramente lineal de K_{II} para el caso $f=0$ se pierde para $f>0$ debido a las etapas de adhesión entre caras de grieta. Las no linealidades son debidas al estado de K_{II} residual existente generado por las caras de grieta en adhesión cuando se inicia la evolución reversa. Lógicamente, estas etapas tienen una mayor extensión cuanto mayor es el coeficiente de fricción.

La Fig. 14 muestra los valores máximos y mínimos de K_{II} en función de f , permitiendo evaluar el rango ΔK_{II} que controla el crecimiento de grieta durante la fase I de propagación. Se observa que este rango disminuye notablemente a medida que f aumenta. Sin embargo se aprecia que en las condiciones analizadas $\Delta K_{II} > 0$ para todos los coeficientes de fricción estudiados. En última instancia, esto es debido al pequeño ángulo de inclinación de la grieta que hace que la carga en la probeta σ_B presente una gran componente tangencial respecto al plano de grieta.

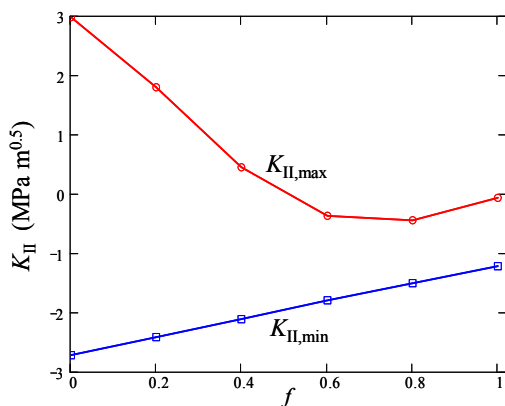


Figura 14. Relación FIT vs f en fretting-fatiga

6. CONCLUSIONES

Se ha implementado el método X-FEM de forma que es posible analizar el contacto con fricción en caras de grieta. Ello permite disponer de una herramienta numérica eficiente, que ha sido validada a través de un problema de referencia. Para el cálculo indirecto del FIT K_{II} presente en grietas cerradas con deslizamiento entre sus caras se ha utilizado la integral J modificada con una integral de contorno. La aplicación de la metodología a un problema de fretting fatiga permite calcular ΔK_{II} , variable que rige el crecimiento coplanar en modo II [9]. Se ha realizado un estudio paramétrico del valor de K_{II} frente al valor del coeficiente de fricción f mostrando que ΔK_{II} puede alcanzar valores apreciables en un amplio rango de f en condiciones de fretting.

AGRADECIMIENTOS

Los autores desean agradecer al Ministerio de Ciencia y Tecnología por la financiación recibida a través del proyecto DPI2007-66995-C03-02 y a la Conselleria d'Empresa, Universitat i Ciència de la Generalitat Valenciana a través del proyecto GV06/124.

REFERENCIAS

- [1] Bold, P.E., Brown, M.W., Allen, R.J., A review of fatigue crack-growth in steels under mixed mode-I and mode-II loading, *Fatigue Fract Engng Mater & Struct*, **15**(10), 965-977, 1992.
- [2] Wang, M.O., Hu, R.H., Qian, C.F., Li, J.C.M., Fatigue crack growth under mode II loading, *Fatigue Fract Engng Mater & Struct*, **18**(12), 1443-1454, 1995.
- [3] Hourlier, F., d'Hondt, H., Truchon, M., Pineau, A., *fatigue crack path behavior under polymodal fatigue*, Multiaxial fatigue, STP 853, ASTM, Philadelphia (1985), pp. 228-248.
- [4] Ribeaucourt, R., Baietto-Dubourg, M.C., Gravouil, A., A new fatigue frictional contact crack propagation model with the coupled X-FEM/LATIN method, *Comp Meth Appl Mech Engng*, **196**(33-34), 3230-3247, 2007.
- [5] Dubourg, M.C., Lamacq, V., A predictive rolling contact fatigue crack growth model: Onset of branching, direction, and growth - Role of dry and lubricated conditions on crack patterns, *ASME J Tribology*, **124**(4), 680-688, 2002.
- [6] Hills, D.A., Nowell, D., *Mechanics of Fretting Fatigue*, Solid mechanics and its applications, Vol. 30, Kluwer Academic Press, 1994.
- [7] Dorogoy, A., Banks-Sills, L., Shear loaded interface crack under the influence of friction: a finite difference solution, *Int J Num Methods Engng*, **59**(13), 1749-1780, 2004.
- [8] Lamacq, V., Dubourg, M.C., *Stage II crack propagation direction determination under fretting fatigue loading: A new approach in accordance with experimental observation*, Fretting Fatigue: Current Technology and Practices, STP 1367, ASTM (2000), pp. 436-450.
- [9] Plank, R., Kuhn, G., Fatigue crack propagation under non-proportional mixed mode loading, *Engng Fract Mech*, **62**(2-3), 203-229, 1999.
- [10] Moës, N., Dolbow, J., Belytschko, T., A finite element method for crack growth without remeshing, *Int J Numer Methods Engng*, **46**(1), 131-150, 1999.
- [11] Giner, E., Vercher, A., Tarancón, J.E., González, O.A., Fuenmayor, F.J., Análisis mediante X-FEM de la orientación de grieta en un problema de fretting-fatiga con contacto completo, *Anales de Mecánica de la Fractura* vol. 23, Albarracín, (2006), pp 141-146.
- [12] ABAQUS v. 6.5, *Theory manual*. HKS, 2004.
- [13] Mutoh, Y., Xu, J.Q., Fracture mechanics approach to fretting fatigue and problems to be solved, *Tribology Int*, **36**(2), 99-107, 2003.

SOBRE LA TENSIÓN T Y SU RELACIÓN CON EL ANÁLISIS DE PÉRDIDA DE CONSTRUCCIÓN

D. Fernández Zúñiga¹, J. Fernández Sáez², A. Fernández Canteli¹

¹Departamento de Construcción e Ingeniería de Fabricación, E.P.S. de Ingeniería de Gijón,
Universidad de Oviedo, Campus de Viesques, 33203 Gijón.
E-mail: afc@uniovi.es

²Departamento de Mecánica de Medios Continuos y Teoría de Estructuras, Escuela Politécnica Superior,
Universidad Carlos III de Madrid, Avda. Universidad 30, 28911 Leganés.
E-mail: ppfer@ing.uc3m.es

RESUMEN

En el análisis de las causas del aumento de la tenacidad aparente de fractura por efecto de la pérdida de constricción se suele recurrir a la consideración de la tensión T como magnitud explicativa del fenómeno, tanto en la MFEL como en MFEP, lo que ha conducido a propuestas de modelos biparamétricos de fractura. En una probeta CT o Arcan Richard, las sustanciales diferencias en la tenacidad aparente de fractura que resultan al ensayar probetas de diferente espesor, no se justifican mediante la recurrencia a la tensión T, que experimenta sólo pequeñas variaciones en su valor, de lo que se deduce, su insuficiencia como parámetro de referencia en el estudio general de la pérdida de constricción, al representar un tratamiento fenomenológico parcial o incompleto del problema. La consideración del tensor intensidad de tensión y de las denominadas curvas de constricción permiten demostrar la correlación entre pérdida de constricción y espesor de probeta y de ahí la necesidad de considerar el tensor t_{ij} completo, correspondiente al término constante del desarrollo de Williams, con particular atención a la componente t_{zz} , si se pretende alcanzar una justificación general, físicamente satisfactoria, de la influencia del fenómeno de la pérdida de constricción. En este trabajo se presentan relaciones analíticas entre diferentes variables relevantes del campo tensional y deformacional en el frente de grieta que permiten, mediante cálculos numéricos por el método de los elementos finitos para diferentes casos de pérdida de constricción, deducir el valor de la componente transversal t_{zz} y su relación con la tensión T. Con ello se ponen de manifiesto las limitaciones del modelo actual basado en la tensión T como parámetro de referencia para analizar el fenómeno de la pérdida de constricción.

ABSTRACT

When analyzing the reasons of the rising apparent fracture toughness due to the loss of constraint, the stress T is often preferred as explaining magnitude of this phenomenon, both in the LEFM and EPFM. Thus, biparametric fracture mechanics approaches have been developed. For CT or Arcan Richard specimens, substantial differences in the apparent fracture toughness resulting from testing specimens of different thicknesses are not justified by resorting to the stress T, since it experiences small changes in its value. Accordingly, T as a reference parameter is insufficient to explain the loss of constraint effect in general. The consideration of the stress intensity tensor and the so called constraint curves enable us to demonstrate the correlation between the loss of constraint and the specimen thickness, and hence the necessity of considering the whole t_{ij} tensor, corresponding to the constant term of Williams expansion, particularly its t_{zz} component, if a general physically satisfactory justification of the influence of the loss of constraint effect is intended. In this work, analytical relations referred to the stress and strain tensor field at the crack front are developed that allow us to calculate numerically the out-of plane T-stress component t_{zz} and its relationship with the T-stress through finite element analysis for different loss of constraint relations and so to demonstrate the limitations of the current T-approach as reference parameter to analyze loss of constraint effects.

PALABRAS CLAVE: Tensión T, tensor intensidad de tensión, curvas de constricción, desarrollo de Williams

1. INTRODUCCIÓN

En el análisis de las causas del aumento de tenacidad aparente de fractura por efecto de la pérdida de constricción se suele recurrir a la consideración de la tensión T como magnitud explicativa del fenómeno, tanto en la MFEL como en MFEP [1,2,3], lo que ha conducido a propuestas de modelos biparamétricos de

fractura. Resulta, cuando menos, curiosa la elección de la tensión T, segundo término (constante) en el desarrollo de Williams de la tensión σ_{xx} , es decir, de una tensión en el plano, cuando se trata de investigar las consecuencias de un fenómeno de triaxialidad en el frente de grieta, provocado presuntamente por la

componente transversal de la tensión, σ_{zz} . El modelo tensorial de la intensidad de tensión y de las denominadas curvas de constricción [4] permite demostrar la práctica constancia de la tensión T , frente a variaciones del espesor de probeta, aún cuando existe una clara relación entre pérdida de constricción y espesor de ésta, según ha sido probado teórica y numéricamente. De ello se deduce, al menos, la insuficiencia de T como parámetro de referencia en el estudio general de la pérdida de constricción, al representar un tratamiento fenomenológico e incompleto del problema y, por tanto, la necesidad de considerar el tensor t_{ij} , segundo término del desarrollo de Williams, en conjunto, con particular atención a la componente t_{zz} , si se pretende alcanzar una justificación general, físicamente satisfactoria para evaluar la influencia del fenómeno de pérdida de constricción. Un procedimiento alternativo, considerando las curvas de constricción, ha sido ya propuesto en [4].

En este trabajo se presentan las relaciones analíticas del campo tensional y deformacional en el frente de grieta que permiten demostrar las limitaciones de los modelos basados en la tensión T y deducir el valor de la componente transversal t_{zz} y del tensor t_{ij} mediante cálculos numéricos por elementos finitos para diferentes casos de pérdida de constricción, analizando comparativamente estos valores con los valores de la tensión T obtenidos en esos mismos casos.

2. RELACIONES DEFORMACIONALES Y TENSIONALES EN EL FRENTE DE GRIETA

En un trabajo anterior [4] se ha demostrado analíticamente que, con independencia del espesor de probeta, y para garantizar el carácter no singular de la deformación transversal ε_{zz} , en cualquier punto del frente de grieta se tiene que cumplir la relación $k_{zz} = \nu(k_{11} + k_{22})$, lo que implica la singularidad de la tensión σ_{zz} y la constancia del valor de la componente transversal $k_{zz} = 2\nu K_I$ y, con ello, la del tensor intensidad de tensión k_{ij} :

$$k_{ij} = \begin{pmatrix} k_{11} & 0 & 0 \\ 0 & k_{22} & 0 \\ 0 & 0 & k_{33} \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} K_I & 0 & 0 \\ 0 & K_I & 0 \\ 0 & 0 & 2\nu K_I \end{pmatrix}, \quad (1)$$

para cualquier espesor de probeta, incluyendo los casos límite $B \rightarrow 0$ y $B \rightarrow \infty$. Formulando con más generalidad, esto supone la independencia de k_{ij} respecto del nivel de constricción. Dado que, según [5], ni la deformación transversal en el frente de grieta $\varepsilon_{zz}(r=0)$ es nula, ni el valor de K_I es constante a lo largo del frente de grieta, queda probado que, en contra de lo aseverado por otros autores [6,7], en el frente de grieta no rigen condiciones de deformación plana para ningún espesor real.

Se trata ahora de analizar la influencia del segundo término, o término constante, del desarrollo de Williams con el fin de comprobar, si el modelo biparamétrico de fractura, basado en la tensión T , (t_{xx} en denominación tensorial), es adecuado y suficiente para definir la pérdida de constricción.

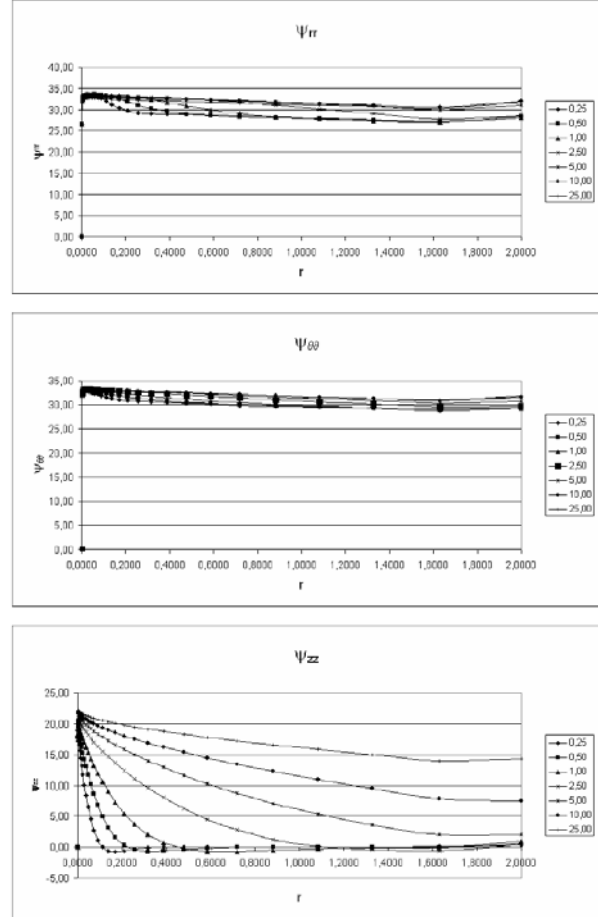


Figura. 1. Curvas de constricción $\psi_{xx}(r,B)$, $\psi_{yy}(r,B)$ y $\psi_{zz}(r,B)$ para una probeta A-R con diferentes espesores de material Al 7075. (De [4]).

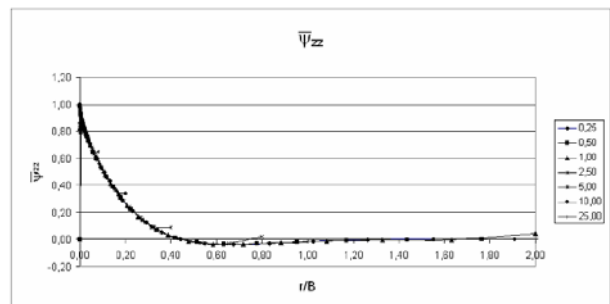


Figura 2. Curva de constricción normalizada $\bar{\psi}_{zz}(r/B, 1)$ para una probeta A-R de material Al 7075. (De [4]).

Dado que el factor de intensidad de tensiones K_I es coincidente para los dos casos límite $B \rightarrow 0$ y $B \rightarrow \infty$,

cabe suponer que su valor no resulta afectado por el espesor en el caso de una probeta real, puesto que, de acuerdo con el principio de superposición aplicable en la teoría elástica-lineal, el efecto del espesor se manifiesta solamente como una acción transversal suplementaria, σ_{zz} , presuntamente no presente en el caso de tensión plana y de valor $\nu(\sigma_{11} + \sigma_{22})$ en el caso de deformación plana.

Las curvas de constricción para $\theta_{cr} = 0$, $\bar{\psi}_{ij}(r, B) = \sqrt{2\pi r} \sigma_{ij}(r, B)$, permiten analizar los campos tensional y deformacional en el entorno de grietas. Parten en cada caso del valor k_{ij} para $r = 0$, mostrando una evolución más o menos diferenciada, según se trate de la componente ψ_{xx} , ψ_{yy} o ψ_{zz} (ver figura 1) en función del espesor de probeta. La variación da información sobre el grado de influencia de los términos superiores de la serie de Williams, en particular del segundo término o término constante.

La curva de constricción $\bar{\psi}_{zz}(r, B)$ puede normalizarse en una única curva $\bar{\psi}_{zz}(r/B, 1)$ (ver figura 2), demostrando la viabilidad de un tratamiento general unificado del problema de constricción en función del espesor de probeta.

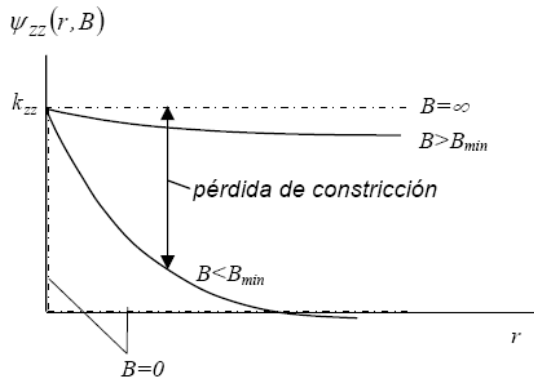


Figura. 3 Curvas de constricción $\psi_{zz}(r, B)$ esquematizadas, incluyendo los casos límite de tensión plana y deformación plana.

De las curvas de constricción $\psi_{zz}(r, B)$ (figura 1), esquematizadas en la figura 3, se puede deducir que la tensión t_{zz} presenta una fuerte dependencia con el espesor de probeta B , en el dominio $0 < r/B < \approx 0.5$, que denominaremos *zona de constricción*. Por el contrario, la ligera variación que se observa en las componentes $\psi_{xx}(r, B)$ y $\psi_{yy}(r, B)$ permite admitir que $\psi_{xx}(r, B) \cong K_I$ y $\psi_{yy}(r, B) \cong K_I$. En consecuencia, parece posible atribuir la influencia de la constricción debida al espesor de probeta exclusivamente a $\psi_{zz}(r, B)$ y, por tanto, a t_{zz} .

3. CÁLCULO DE LAS COMPONENTES t_{xx} y t_{zz} DEL TENSOR t_{ij}

3.1 Obtención de t_{xx} a partir de la distribución de tensiones.

Las componentes cartesianas no nulas de las tensiones en las proximidades del frente de grieta se pueden escribir, de acuerdo con el desarrollo de Williams, en función de las coordenadas polares r y θ [4]:

$$\begin{aligned}\sigma_{xx} &= \frac{K_I f_{xx}(\theta)}{\sqrt{2\pi r}} + t_{xx}(\theta) + O(r^{1/2}), \\ \sigma_{yy} &= \frac{K_I f_{yy}(\theta)}{\sqrt{2\pi r}} + t_{yy}(\theta) + O(r^{1/2}), \\ \tau_{xy} &= \frac{K_I f_{xy}(\theta)}{\sqrt{2\pi r}} + t_{xy}(\theta) + O(r^{1/2}), \\ \sigma_{zz} &= \frac{2\nu K_I f_{zz}(\theta)}{\sqrt{2\pi r}} + t_{zz}(\theta) + O(r^{1/2}),\end{aligned}\quad (2)$$

en las que las funciones angulares en el plano $f_{xx}(\theta)$, $f_{yy}(\theta)$ y $f_{xy}(\theta)$ pueden deducirse de [8] y la $f_{zz}(\theta)$ de [4]. Como es sabido, las condiciones de contorno imponen la nulidad de t_{yy} , lo que permite obtener t_{xx} como:

$$\begin{aligned}t_{xx} &= \lim_{r \rightarrow 0} [\sigma_{xx}(r, \theta) + \alpha \sigma_{yy}(r, \theta)] \\ &= \lim_{r \rightarrow 0} [\sigma_{xx}(r, -\theta) + \alpha \sigma_{yy}(r, -\theta)],\end{aligned}\quad (3)$$

eliminando la presencia de K_I , mediante la condición:

$$f_{xx}(\theta) + \alpha f_{yy}(\theta) = 0, \quad (4)$$

es decir, para

$$\alpha = -\frac{f_{xx}(\theta)}{f_{yy}(\theta)} = -\frac{\cos \frac{\theta}{2} (1 - \sin \frac{\theta}{2} \sin \frac{3\theta}{2})}{\cos \frac{\theta}{2} (1 + \sin \frac{\theta}{2} \sin \frac{3\theta}{2})}. \quad (5)$$

En la tabla 1 se recogen los valores de α para algunas orientaciones representativas.

Tabla 1: Valores de α para diferentes orientaciones.

θ	α
0	-1
$\pi/6$	-0.6906
$\pi/3$	-1/3
$\pi/2$	-1/3
$2\pi/3$	-1
$5\pi/6$	-5.3094
π	$-\infty$

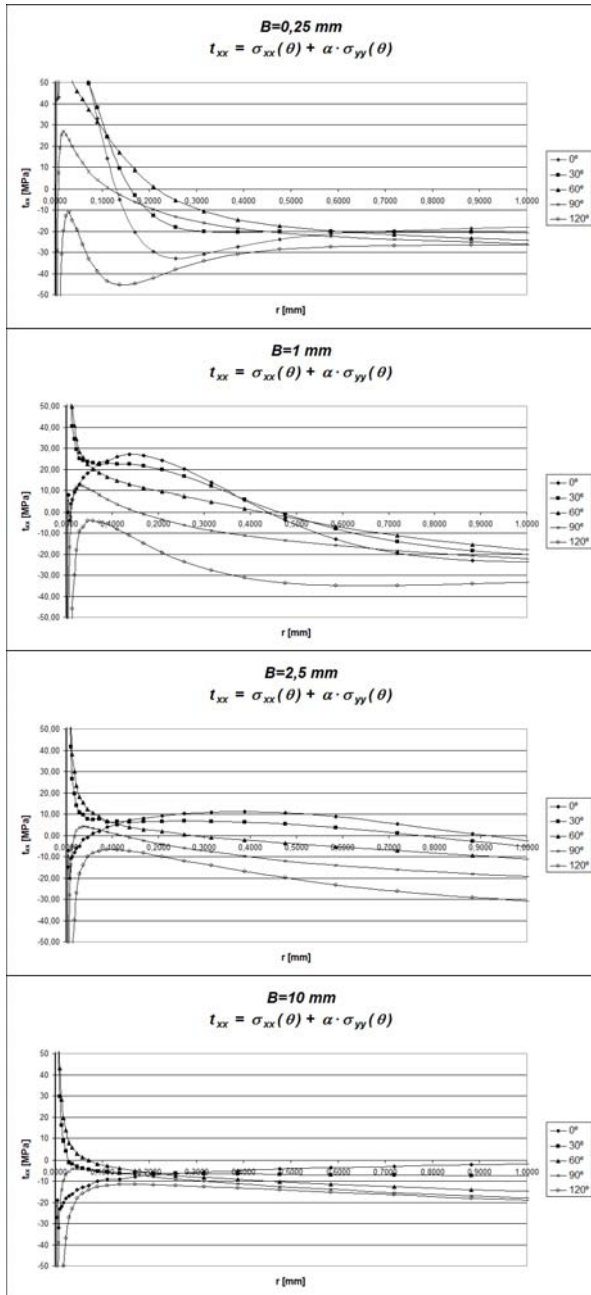


Fig. 4: Representación de las curvas $\sigma_{xx}(r, \theta) + \alpha \sigma_{yy}(r, \theta)$ según diferentes orientaciones para probetas Arcan-Richard de diferentes espesores ($B=0.25, 1, 2.5$ y 10 mm) de material Al 7075.

En la figura 4 se representa la función $\sigma_{xx}(r, \theta) + \alpha \sigma_{yy}(r, \theta)$, calculada a partir de las distribuciones de σ_{xx} y σ_{yy} , obtenidas mediante un cálculo por elementos finitos en probetas Arcan-Richard de Al 7075 para cuatro espesores representativos $B=0.25, 1, 2.5$ y 10 mm y cinco orientaciones, $\theta = 0, 30, 60, 90$ y 120° . Por extrapolación de la función correspondiente a la orientación $\theta = 120^\circ$, aparentemente la más estable, se estiman los valores de la componente t_{xx} del término constante del desarrollo de Williams t_{ij} que se muestran en la tabla 2. Como se

observa, el método acusa una fuerte dependencia respecto de la orientación considerada y es impreciso por su sensibilidad a dicha extrapolación, por lo que sería preciso un cálculo más riguroso. En cualquier caso, permite determinar el orden de magnitud de t_{xx} para su posterior comparación con el de t_{zz} . De acuerdo con Ayatollahi et al. [2], una mejora en la estimación de t_{xx} sería posible mediante el empleo de desplazamientos nodales en lugar de tensiones.

Tabla 2: Valores estimados de las componentes t_{xx} y t_{zz} del tensor t_{ij} para diferentes espesores de probeta.

$B[\text{mm}]$	$t_{xx}[\text{MPa}]$	$t_{zz}[\text{MPa}]$
0.25	≈ 0	≈ -800
1	≈ 0	≈ -400
2.5	≈ -2	≈ -240
10	≈ -10	≈ -120

3.2 Obtención de t_{zz} a partir de la distribución de tensiones

Siguiendo un procedimiento similar al del apartado anterior se deduce ahora la expresión de t_{zz} como

$$t_{zz} = \lim_{r \rightarrow 0} [\sigma_{zz}(r, \theta) + \beta 2\nu \sigma_{yy}(r, \theta)], \quad (6)$$

eliminando la presencia de K_I , en la que ahora β se determina mediante la condición:

$$2\nu f_{zz}(\theta) + \beta f_{yy}(\theta) = 0, \quad (7)$$

es decir, para:

$$\beta = -\frac{2\nu f_{zz}(\theta)}{f_{yy}(\theta)} = -\frac{2\nu \cos \frac{\theta}{2}}{\cos \frac{\theta}{2} (1 + \frac{\theta}{2} \sin \frac{3\theta}{2})}. \quad (8)$$

La tabla 3 contiene los valores de β para algunas orientaciones representativas, en el supuesto de $\nu = 0.34$.

Tabla 3: Valores de β para diferentes orientaciones θ ($\nu = 0.34$).

θ	β
0	-0.6800
$\pi/6$	-0.5748
$\pi/3$	-0.4533
$\pi/2$	-0.6800
$2\pi/3$	-0.6800
$5\pi/6$	-2.1452

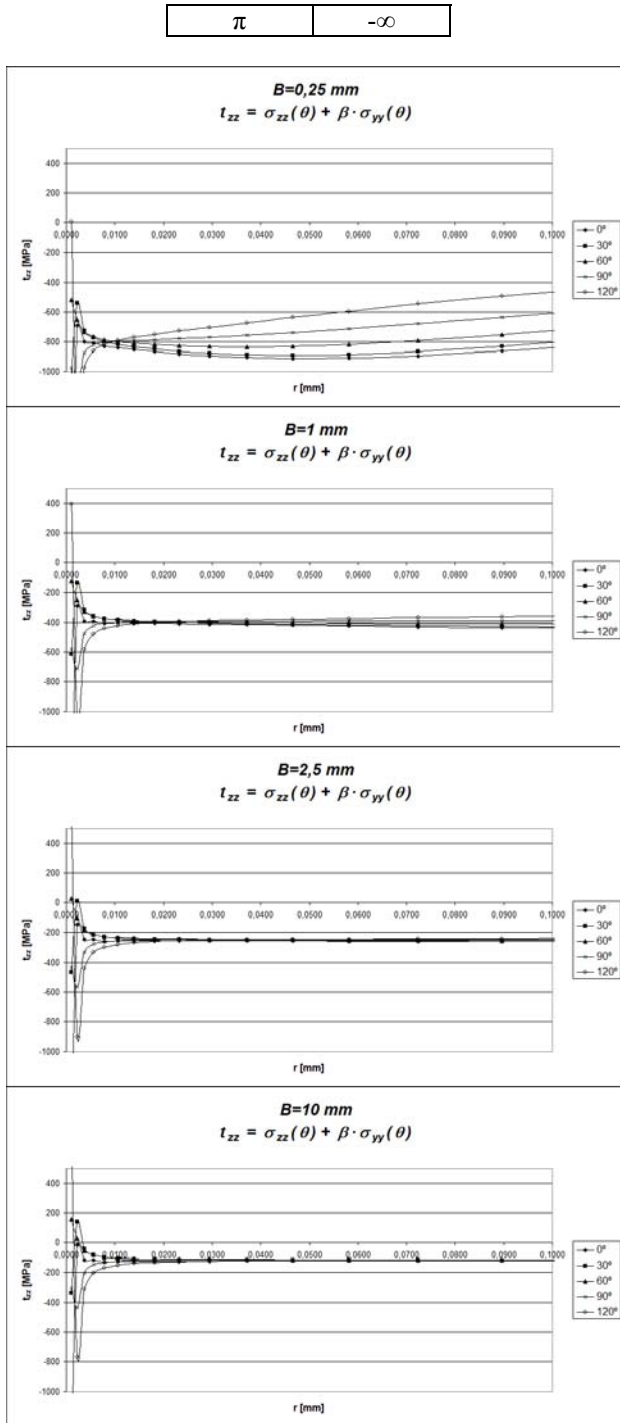


Fig. 5: Representación de las curvas $\sigma_{zz}(r, \theta) + \beta \sigma_{yy}(r, \theta)$ según diferentes orientaciones y diferentes espesores ($B=0.25, 1, 2.5$ y 10 mm) en probetas Arcan-Richard de material Al 7075.

En la figura 5 se muestran los resultados de $\sigma_{zz}(r, \theta) + \beta \sigma_{yy}(r, \theta)$, deducidos a partir de las distribuciones de σ_{zz} y σ_{yy} , calculadas por medio de elementos finitos en probetas Arcan-Richard de Al 7075 para cuatro espesores representativos $B=0.25, 1, 2.5$ y 10 mm y cinco orientaciones, $\theta = 30, 60, 90$ y 120° . Por

extrapolación se estiman los valores de la componente t_{zz} del término constante del desarrollo de Williams, t_{ij} , que se muestran en la tabla 2. En este caso proceden los mismos comentarios expresados en el cálculo de t_{xx} , aunque ahora la dependencia del valor de la tensión t_{zz} respecto del ángulo de aproximación considerado para su evaluación, es considerablemente menor.

Las gráficas de la figura 5 pueden normalizarse mediante la transformación $\sqrt{B} t_{zz}(B) = t_{zz}(1)$ tomando como abscisas r/B , ver figura 6, lo que permite la deducción del valor de la tensión t_{zz} para cualquier espesor de probeta, simplemente a partir de los resultados realizados para un único espesor arbitrario.

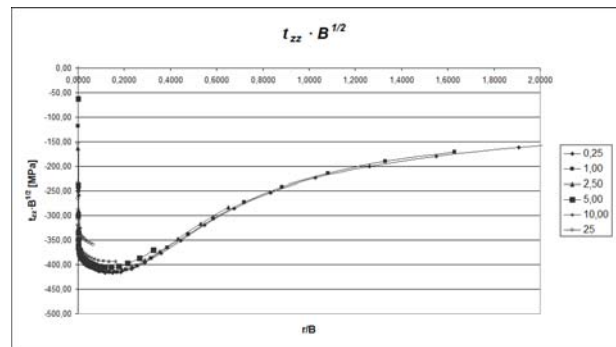


Fig. 6: Representación de las curvas $\sigma_{zz}(r/B, \theta) + \beta \sigma_{yy}(r/B, \theta)$ normalizadas para $\theta = 60^\circ$ y diferentes espesores ($B=0.25, 1, 2.5$ y 10 mm) en probetas Arcan-Richard de material Al 7075.

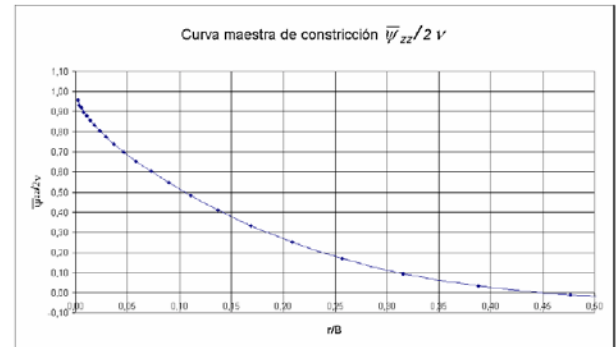


Figura 7. Ajuste de la curva maestra de constricción $\bar{w}_{zz}(r/B, 1)$ para probetas A-R de material Al 7075.

3.3 Deducción de t_{zz} a partir de la curva de constricción

Dado que las curvas de constricción representan la influencia de los términos superiores de la serie de Williams, resulta posible deducir los valores de la tensión $t_{zz}(B)$ para diferentes espesores de probeta a partir de la curva normalizada de constricción

$\bar{\psi}_{zz}(r/B)$, ver figura 7. En el presente caso, para una probeta de espesor $B = 1 \text{ mm}$ se obtuvo el valor $t_{zz} = 460,9 \text{ MPa}$, en el supuesto de que la pérdida de constricción sea atribuible únicamente al término constante, es decir, despreciando la influencia del término $r^{1/2}$ y superiores. Este valor se corresponde razonablemente con el obtenido de la deducción numérica a través de las tensiones (ver tabla 2).

3.4 Relación entre t_{xx} y t_{zz} a través de ε_{zz}

En las relaciones de deformación en el frente de grieta, teniendo en cuenta la anulación del primer término del desarrollo de Williams, se demuestra:

$$\varepsilon_{zz}(r=0) = \lim_{r \rightarrow 0} \frac{\sigma_{zz} - \nu(\sigma_{xx} - \sigma_{yy})}{E} = \frac{t_{zz} - \nu t_{xx}}{E}, \quad (9)$$

que permite deducir la relación $t_{zz} \cong \nu t_{xx}$ para $B \rightarrow \infty$, al ser ε_{zz} pequeño, aunque no nulo. Tal como se ha avanzado en el apartado 2, la variación de las curvas de constricción es únicamente atribuible a los respectivos términos superiores del desarrollo de Williams en las direcciones x, y, z . La cuestión consiste en si pueden asignarse exclusivamente al término constante t_{ij} . Ese no es el caso de t_{yy} que, como es sabido, se anula debido a las condiciones de contorno. En el caso de t_{zz} , los cálculos realizados en un estudio anterior [4] parecen confirmar la preponderancia de t_{zz} frente a los términos superiores.

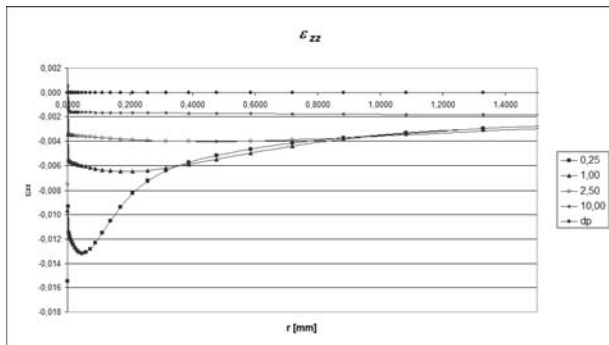


Fig. 8. Resultados de la deformación $\varepsilon_{zz}(r, 0)$ en la proximidad del frente de grieta para probetas Arcan-Richard de diferentes espesores ($B=0.25, 1, 2.5$ y 10 mm) de material Al 7075.

Sin embargo, cabe destacar, que un tratamiento de la constricción mediante las curvas de constricción [4], permite obviar la cuestión de si aquella es atribuible a t_{ij} o a los términos superiores, aunque aquí optemos por reducir el análisis a la influencia de las componentes del término constante. En cualquier caso, de los cálculos anteriores y de la figura 1 cabe suponer en una primera aproximación, la influencia despreciable de t_{xx} , frente a la de t_{zz} en un cálculo estimativo de ε_{zz} . En tal

supuesto, se deduce que $\varepsilon_{zz} = t_{zz}/E$, de lo que resultaría un valor aproximadamente constante de la deformación en la zona de constricción, lo que queda corroborado por los cálculos realizados para diferentes probetas, ver figura 8. En cualquier caso, debe tenerse presente que el entorno en el que t_{zz} se mantiene aproximadamente constante, está limitado en el mejor de los casos a la zona de constricción, definida ésta por la condición $r/B \leq 0.50$, ver figura 9. Esta zona queda también confirmada a través de los cálculos realizados mediante ε_{zz} . El cálculo para diferentes espesores de probeta verifica esta hipótesis según las figuras 8 y 9.

3. CONSTRICCIÓN Y TENSOR t_{ij}

En el plano medio de probeta, el tensor t_{ij} para diferentes espesores tiene por expresión:

$$t_{ij}(B) = \begin{pmatrix} t_{xx}(B) & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & t_{zz}(B) \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} t_{xx}(B) & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & E\varepsilon_{zz}(B) + \nu t_{xx}(B) \end{pmatrix}. \quad (10)$$

En el caso ideal de deformación plana, t_{ij} se reduce a:

$$t_{ij}(DP) = \begin{pmatrix} t_{xx}(DP) & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & \nu t_{xx}(DP) \end{pmatrix} = t_{xx}(DP) \begin{pmatrix} 1 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & \nu \end{pmatrix}. \quad (11)$$

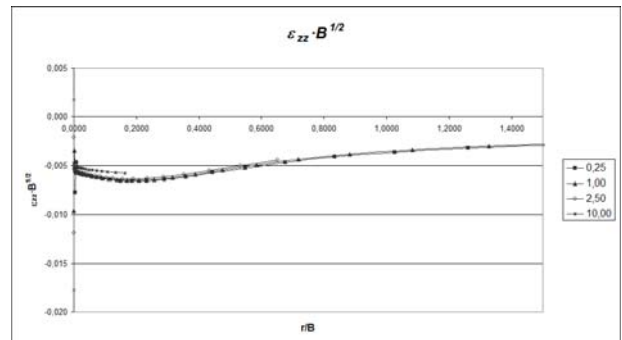


Fig. 9. Curva de deformación normalizada $\bar{\varepsilon}_{zz}(r/B, 0)$ en la proximidad del frente de grieta para probetas Arcan-Richard de diferentes espesores ($B=0.25, 1, 2.5$ y 10 mm) de material Al 7075.

Como se puede observar, en este caso el tensor t_{ij} se puede formular en función únicamente de t_{xx} . Se comprende así, que $t_{xx}(DP) = T$ pueda figurar, junto a K_I , como el segundo parámetro de referencia, tal como propugna el modelo biparamétrico. Sin embargo, en general, para todo el intervalo $0 \leq B \leq \infty$, es decir para cualquier probeta real en la que la expresión (10) es la realmente aplicable esto no se cumple. Así, mientras el

valor de $t_{xx}(B)=T$, demuestra ser prácticamente insensible a variaciones del espesor de probeta y puede ser considerado constante en una primera aproximación, $t_{zz}(B)$ varía en un margen mucho más amplio en función de B , tal como se desprende de las curvas de constricción (figura 1) y de los valores de la tabla 2, estimados a partir de las curvas $\sigma_{xx}(r,\theta)+\alpha\sigma_{yy}(r,\theta)$ y $\sigma_{zz}(r,\theta)+\beta\sigma_{yy}(r,\theta)$ (figuras 4 y 5). En consecuencia, dado que la tenacidad aparente de fractura experimental varía con el espesor de probeta [4], se concluye que

$$t_{ij}(B)=\begin{pmatrix} t_{xx}(B) & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & t_{zz}(B) \end{pmatrix} \cong \begin{pmatrix} t_{xx}(DP) & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & E\varepsilon_{zz}(B) \end{pmatrix}, \quad (12)$$

lo que indica que la consideración de $t_{xx}=T$ es insuficiente para establecer un criterio de fractura considerando el efecto del espesor de probeta y que resulta imprescindible la consideración de la componente transversal $t_{zz}(B)$. Con ello queda probada la limitación del modelo biparamétrico ante situaciones generales de constricción.

5. DISCUSIÓN

El análisis bajo un enfoque predominantemente fenomenológico con el que se abordan generalmente los fenómenos de constricción, conduce a una insatisfactoria equiparación entre los conceptos de *triaxialidad* y *constricción* debido a la carencia de un modelo válido capaz de explicar la raíz del problema [1,2,3]. Triaxialidad y constricción son dos conceptos ligados y complementarios pero no coincidentes en su interpretación. De hecho, la pérdida de constricción se puede definir simplemente como un efecto de “extensión limitada de la triaxialidad”, pero en ningún caso de “ausencia de triaxialidad”.

El estudio de la influencia del espesor en un determinado tipo de probeta demuestra que la situación de triaxialidad es omnipresente, evidenciándose su existencia, tanto en una probeta delgada de espesor $B \ll B_{min}$, es decir, en situación cercana a lo que comúnmente se interpreta como “tensión plana”, como en una probeta gruesa para la que $B \gg B_{min}$, habitualmente interpretada como cercana a condiciones de deformación plana. Sin embargo, resulta evidente que estamos ante dos situaciones de constricción claramente opuestas, como lo demuestra la diferente tenacidad aparente de fractura que resulta experimentalmente para ambos casos.

La aplicación del concepto de *curvas de constricción* al análisis del fenómeno permite interpretar adecuadamente el papel de la constricción en la extensión del tamaño de las zonas plásticas y comprender las diferencias y similitudes en los casos límite $B \rightarrow 0$ y $B \rightarrow \infty$: Si bien las correspondientes

curvas de constricción son cualitativamente idénticas, (baste observar que es posible su normalización mediante un simple cambio de escala, ver figuras 2 y 7, es evidente su diferencia cuantitativa.

Estas observaciones se pueden extender al caso de pérdida de constricción debida al efecto de la longitud de grieta. En este caso se obtienen curvas de constricción, una vez más, cualitativamente idénticas pero cuantitativamente diferentes para diferentes tamaños de grieta y, de nuevo, parece viable la representación de ambos efectos de constricción, debido al espesor de probeta y a la longitud de grieta, mediante una única curva de constricción normalizada, dejando así demostrado, por un lado, la ubicuidad del fenómeno de triaxialidad incluso en casos comúnmente interpretados como de tensión plana, pero por otro, el fenómeno de extensión o escala como determinante para el análisis de la constricción.

Dado que el tensor k_{ij} es independiente del espesor de probeta, la explicación de las crecientes tenacidades aparentes de fractura para espesores decrecientes hay que buscarla en un criterio “local” de rotura, es decir, basado en el tensor σ_{ij} , a una cierta distancia del frente de grieta o, en todo caso, a un criterio de fractura basado no sólo en $t_{xx}=T$, como en los modelos actuales, sino en el tensor t_{ij} , siempre que pueda demostrarse su preponderancia frente a los términos superiores de la serie de Williams.

6. CONCLUSIONES

Las principales conclusiones que se derivan del presente trabajo son las siguientes:

- Las curvas de constricción son una representación útil para una mejor comprensión conceptual de la pérdida de constricción y para su estimación cuantitativa.
- Las curvas de constricción ψ_{xx} y ψ_{yy} en probetas CT o Arcan-Richard muestran pequeñas variaciones debido a la influencia del espesor de probeta, contrariamente a lo que ocurre en la curva ψ_{zz} , de donde cabe deducir un menor valor de t_{xx} frente al de t_{zz} y, por tanto, la necesidad de considerar el tensor t_{ij} para una adecuada interpretación de la influencia de la pérdida de constricción en la proximidad del frente de grieta y su influencia en la rotura.
- Los valores de t_{zz} , calculados a partir de la correspondiente curva de constricción (dependiente únicamente de σ_{zz}) o de una relación analítica, similar a la empleada en el cálculo convencional de t_{xx} (tensión T en la denominación convencional), resultan concordantes y muy superiores a los correspondientes valores deducidos para t_{xx} .

- Es posible una normalización de t_{zz} para cualquier espesor de probeta, lo que facilita la evaluación e interpretación de la influencia del espesor sobre el valor de esta tensión.

- La metodología actual, basada en el modelo biparamétrico, ignora la realidad tridimensional del término constante del desarrollo de Williams. La tensión T , es decir, t_{xx} , por sí sola, no es capaz de reflejar la variación de la pérdida de constricción con el espesor de probeta. Se deduce de ello que la consideración del tensor t_{ij} es obligada para analizar la influencia del espesor sobre la tenacidad aparente de fractura.

- La aparente validez del modelo biparamétrico en ciertos casos de pérdida de constricción, como por ejemplo, en el análisis de la influencia de la longitud de grieta, se puede explicar para la situación de deformación plana, debido a la relación directa, que se establece entre t_{xx} y t_{zz} , lo que permite formular el tensor t_{ij} en función únicamente de t_{xx} . Sin embargo, se comprueba la falta de generalidad de este modelo en el momento en el que t_{zz} deja de ser proporcional a t_{xx} y muestra dependencia respecto de otros parámetros, como ocurre con el espesor.

- El caso de la tensión T corrobora una vez más el efecto de escala en función del espesor de probeta, que se advierte en las tensiones y deformaciones, B , resultantes en el entorno de la grieta, como consecuencia de las hipótesis de partida del cálculo elástico lineal, bajo el que se realizan las deducciones analíticas y los cálculos numéricos aportados.

REFERENCIAS

- [1] Ayatollahi M.R., Pavier M.J., Smith D.J., "Determination of the T -stress from finite element analysis for mode I and mixed mode I/II loading". Int. J. of Fracture, 91, pag. 283-298, 1998.
- [2] Smith D.J., Ayatollahi M.R., Pavier M.J., "On the consequences of the T -stress in elastic brittle fracture". Proceedings of the Royal Society, 462, 2415-2437, 2006.
- [3] Betegón C., Hancock J., "Two-parameter characterization of elastic-plastic crack-tip fields". Journal of Applied Mechanics. Transactions of the ASME, 113, 104-110, 1991.
- [4] Fernández Zúñiga D., Fernández Canteli A., Castillo E., "Límites del modelo de Irwin en la MFEL ante efectos de constricción lateral", GEF Burgos, 2007.
- [5] Fernández Zúñiga D., Kalthoff J.F., Fernández Canteli A., Grasa J., Doblaré M., "Three-dimensional finite element calculations of crack tip plastic zones and K_{Ic} specimen size requirements", ECF 15, Stockholm, 11-13 August 2004
- [6] Nakamura T., Parks D.M., "Three-dimensional stress field near the crack front of a thin elastic plate", J. of Applied Mechanics, 55, Trans. of ASME, pag. 805-813, 1988.
- [7] Kwon S., Sun C., "Characteristics of three-dimensional stress fields in plates with a through-the-thickness crack", International Journal of Fracture, 104, pag. 291-315, 2000.
- [8] Williams M.L., "On the stress distribution at the base of a stationary crack". J. Appl. Mech., 24, pag. 109-114, 1957.

MODELO GENERAL DE REGRESIÓN PARA EL ANÁLISIS DE RESULTADOS DE CURVAS E-N

A. Fernández Canteli¹, E. Castillo Ron², H. Pinto², M. López Aenlle¹

¹Departamento de Construcción e Ingeniería de Fabricación, E.P.S. de Ingeniería de Gijón,
Universidad de Oviedo, Campus de Viesques, 33203 Gijón.
E-mail: afc@uniovie.es

²Departamento de Matemática Aplicada y Ciencias de la Computación, E.T.S. de Ingenieros de Caminos,
Universidad de Cantabria, Avda. de los Castros s/n, 39005 Santander
castie@unican.es

RESUMEN

En este trabajo, se presenta un nuevo modelo de Weibull para el análisis de resultados de vida a fatiga referidos al rango de deformación, basado en un modelo para la evaluación estadística del campo de Wöhler, desarrollado previamente por los autores. El modelo representa una alternativa a la solución tradicional de Coffin-Manson: opera directamente con deformaciones totales, sin necesidad de considerar separadamente sus componentes elástica y plástica y proporciona una definición analítica y probabilística de todo el campo E-N mediante curvas percentiles. Deducida la expresión analítica del campo E-N es posible una definición del campo S-N mediante la consideración del diagrama $\sigma - \varepsilon$ cíclico del material, que reproduce la incurvación observada experimentalmente en el dominio de fatiga para bajo número de ciclos. De este modo, se deduce también un modelo del campo S-N que resulta aplicable a la evaluación de vida de fatiga tanto la región de alto, como de bajo número de ciclos. Finalmente se muestra la aplicación del modelo propuesto a la evaluación de resultados reales de otros investigadores y se ilustra la deducción de las curvas S-N para dos materiales diferentes a partir de las curvas E-N obtenidas.

ABSTRACT

An existing well established Weibull model for the statistical assessment of stress-life fatigue data developed by the authors is shown to be applicable to the strain-life fatigue analysis, as an alternative to the classical Coffin-Manson approach. The model deals directly with the total strain without the need of separating its elastic and plastic strain components, provides an analytical statistical definition of the problem. Once the analytical expression of the strain-life curves has been derived, the model enables us to derive stress-life curves, reproducing the experimentally observed incurvation in the low cycle fatigue region. In this way, the model can be applied not only for the high but also for the low cycle fatigue domains. The proposed method is finally illustrated by its application to a real data case from an external experimental program.

PALABRAS CLAVE: Modelo de regresión, curva E-N, fatiga de bajo número de ciclos, low cycle model.

1. INTRODUCCIÓN

Los modelos utilizados para definir el campo S-N no son, generalmente, capaces de reproducir la región de bajo número de ciclos, por lo que en presencia de plastificación, el cálculo de vida en fatiga se realiza utilizando el método basado en deformaciones, es decir, en las curvas E-N. Éste demuestra ser un método útil y adecuado para la estimación de la vida de fatiga de componentes mecánicos y estructurales en las dos regiones de alto y bajo número de ciclos [10,11,15.]. La relación entre la deformación unitaria total ε_a y la vida de fatiga N, es decir, la curva de vida en función de la deformación o curva E-N, considerada como una información imprescindible sobre fatiga del material, está basada en los modelos de Basquin [1], en lo concerniente a la de vida en fatiga bajo deformación elástica, y de Coffin [9] y Manson [12] en lo relativo a la vida de fatiga bajo deformación plástica: estos

modelos tradicionales se unifican en la propuesta de Morrow [13,14], de acuerdo con la expresión:

$$\varepsilon_a = \varepsilon_a^e + \varepsilon_a^p = \frac{\sigma_f'}{E} \left(\frac{2N_f}{N_0} \right)^b + \varepsilon_f' \left(\frac{2N_f}{N_0} \right)^c, \quad (1)$$

en la que los superíndices e y p corresponden a las deformaciones elásticas y plásticas, respectivamente, N_f es el número de ciclos hasta la rotura, N_0 un número de referencia de ciclos necesario para convertir la expresión (1) en adimensional, σ_f' es el coeficiente de resistencia a fatiga, b el exponente de resistencia a fatiga, ε_f' el coeficiente de ductilidad a fatiga, c' el exponente de ductilidad a fatiga y E es el módulo de elasticidad. De acuerdo con este modelo, cada una de las componentes elástica y plástica están representadas

por líneas rectas en una gráfica doblemente logarítmica, resultando por tanto una deformación total no lineal en esa escala, como suma de ambas.

La estimación de los cuatro parámetros del modelo se realiza mediante ajuste de dos rectas de regresión que corresponden, respectivamente, a las componentes elástica y plástica. La deformación total resulta de sumar las dos componentes, Williams et al. [15]. El punto de transición de la vida de fatiga se supone cuando las magnitudes de las deformaciones elástica y plástica coinciden (ver figura 1)

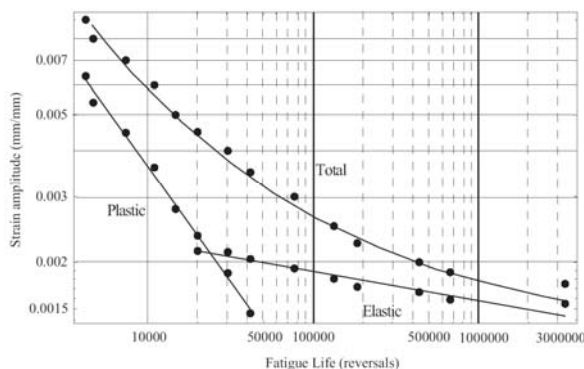


Fig. 1 Modelo convencional en el que la deformación total se subdivide en sus dos componentes, elástica y plástica (De[15]).

Algunas de las limitaciones inherentes al modelo de Morrow son las siguientes:

- La ecuación deformación-vida en fatiga está basada en una razonable, pero arbitraria ley de tipo potencial para ambas componentes, elástica y plástica.
- La forma lineal adoptada en la representación doblemente logarítmica (ver figura 1) impide la existencia de un posible límite de fatiga para la región de bajo número de ciclos.
- La estimación de los parámetros exige una determinación previa del punto de transición de la vida de fatiga con el fin de poder distinguir las dos regiones dominantes, elástica y plástica, en las que se aplicará secuencialmente el análisis de regresión.
- El ajuste no permite la evaluación de ensayos supervivientes.
- El modelo que trata de reproducir la dispersión de las predicciones de vida no está estadísticamente justificado, en particular, no es aceptable la distribución normal implícita en el análisis de regresión.
- El procedimiento consistente en dividir la deformación total ε_a como suma de las deformaciones elástica y plástica, ver expresión (2), complica de manera innecesaria los cálculos para carga variable.

En las siguientes secciones se propone una nueva metodología para la definición probabilística del campo deformación-vida en fatiga basada en un modelo de regresión de Weibull. El modelo surge, no de presupuestos empíricos insuficientemente justificados, sino de la consideración de hipótesis físicas y estadísticas sólidamente fundamentadas, proporciona una definición probabilística del campo completo deformación-vida de fatiga mediante curvas cuantiles, integra las deformaciones elástica y plástica local en una única deformación total, permite el tratamiento de los resultados de probetas supervivientes y facilita una propuesta de acumulación de daño para la predicción de vida en fatiga.

Se hace notar que los autores proponen este modelo como un procedimiento nuevo únicamente para la estimación de los parámetros y definición estadística de la curva deformación-vida de fatiga para su subsiguiente implementación en el método actual basado en deformaciones. En consecuencia, no cuestionan los restantes procedimientos que constituyen el conjunto del método convencional basado en deformaciones.

2. EL MODELO DEFORMACIÓN-VIDA DE FATIGA

En este apartado se presenta la extensión de un modelo del campo S-N para el análisis estadístico de fatiga, desarrollado por Castillo y Fernández-Canteli [5], al caso de deformación-vida en fatiga (campo E-N), mediante la integración de las componentes elástica y plástica. En efecto, la vida de fatiga para una amplitud fija de la deformación total ε_a (o para el rango de la deformación $\Delta\varepsilon$ es una variable aleatoria, cuya función de distribución se designa como $F(N_f, \varepsilon_a)$. Sea p la probabilidad de rotura por fatiga de una pieza sometida a $2N$ ciclos a una amplitud de deformación ε_a y N_0 el valor umbral para N_f , es decir, la vida de fatiga mínima para cualquier ε_a y supongamos que ε_{a0} sea el límite de fatiga por debajo del cual no se producen roturas. En este caso se pretende encontrar una relación entre estas variables de la forma:

$$r(N_f, N_0, \varepsilon_a, \varepsilon_{a0}, p) = 0 \quad (2)$$

donde r es una función desconocida. El teorema π de Buckingham [3] establece que este conjunto inicial de variables puede reducirse a $N_f^* = N_f / N_0$, $\varepsilon_a^* = \varepsilon_a / \varepsilon_{a0}$ y p , es decir, a tres variables adimensionales [5]. De este modo (2) puede escribirse como:

$$s\left(\frac{N_f}{N_0}, \frac{\varepsilon_a}{\varepsilon_{a0}}, p\right) = 0 \quad (3)$$

o bien, dado que estamos interesados en definir la probabilidad de rotura p :

$$p = q \left(\frac{N_f}{N_0}, \frac{\varepsilon_a}{\varepsilon_{a0}} \right), \quad (4)$$

en la que s y q son funciones desconocidas a determinar.

En consecuencia, los cocientes adimensionales N_f / N_0 y $\varepsilon_a / \varepsilon_{a0}$ son suficientes para determinar la probabilidad de rotura p , de forma que sólo deben ser consideradas bien N_f / N_0 y $\varepsilon_a / \varepsilon_{a0}$, o alguna función monótona de $h(N_f / N_0)$ y $g(\varepsilon_a / \varepsilon_{a0})$ de las mismas. Por razones históricas se han considerado las funciones g y h en escala logarítmica:

$$N_f^* = \log(N_f / N_0), \quad \varepsilon_a^* = \log(\varepsilon_a / \varepsilon_{a0}), \quad (5)$$

$$N_f \geq N_0, \quad \varepsilon_a \geq \varepsilon_{a0}.$$

En base a consideraciones físicas y estadísticas, tales como el principio de la ley del eslabón débil, estabilidad, comportamiento límite, rango de existencia de las variables y compatibilidad, Castillo y Fernández Canteli [5] derivaron un modelo S-N de Weibull para la vida en fatiga bajo tensión. Este modelo puede ser aplicado directamente al caso del campo E-N para la vida de fatiga bajo deformación, dado que se satisfacen las mismas condiciones. Se remite aquí a [4,5,8] para los detalles de derivación del modelo

$$p = F(N_f^*; \varepsilon_a^*) = 1 - \exp \left\{ - \left[\frac{\log(N_f / N_0) \log(\varepsilon_a / \varepsilon_{a0}) - \lambda}{\delta} \right]^\beta \right\} \quad (6)$$

en donde λ, δ y β son los parámetros adimensionales del modelo, con el siguiente significado físico (ver figura 2):

N_0 : Valor umbral de la vida en fatiga.

ε_{a0} : Límite de endurancia de ε_a

λ : Parámetro de localización de Weibull que define la posición de la curva correspondiente al percentil $P=0$

δ : Parámetro de escala de Weibull

β : Parámetro de forma de Weibull.

La versión del modelo en tensiones ha sido estudiada y aplicada con éxito a diferentes casos de vida en fatiga [5,8].

Resulta interesante observar que (6) presenta una forma adimensional y revela que la probabilidad de rotura p depende solamente del producto $N_f^* \varepsilon_a^*$, con lo que para un ε_a^* dado, se tiene

$$N_f^* \varepsilon_a^* \approx W(\lambda, \delta, \beta) \Leftrightarrow N_f^* \approx W \left(\frac{\lambda}{\varepsilon_a^*}, \frac{\delta}{\varepsilon_a^*}, \beta \right), \quad (7)$$

es decir, $N_f^* \varepsilon_a^*$ y N_f^* tienen una distribución de Weibull.

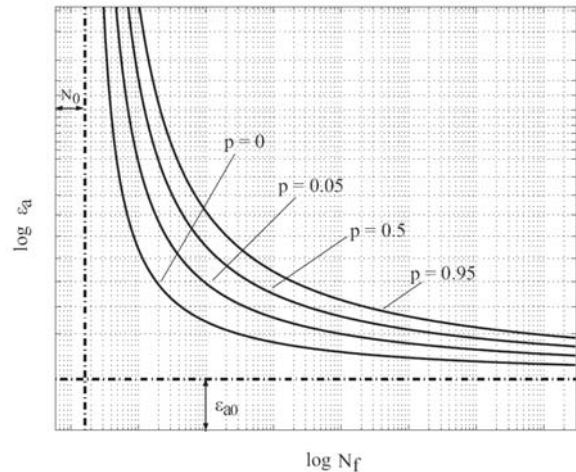


Fig. 2: Curvas percentiles representando la relación entre vida de fatiga adimensional N_f^* y amplitud de deformación ε_a en el campo E-N para el modelo de fatiga propuesto (6).

Los parámetros $N_0, \varepsilon_{a0}, \lambda, \delta$ y β del modelo (6) pueden estimarse fácilmente mediante varios métodos bien establecidos, propuestos en la bibliografía de fatiga (ver, por ejemplo Castillo et al. [6,7,8]). De esta forma el modelo propuesto se confirma como una alternativa firme para representar el campo E-N.

3. MODELO DE CONVERSIÓN DE CURVAS E-N EN CURVAS S-N

Hasta ahora no se ha encontrado una correspondencia directa entre las curvas E-N y S-N, probablemente debido a la incompatibilidad o inconsistencia entre las hipótesis básicas sobre las que están basados los modelos actuales, que se aplican en ambos casos. La versión que se propone, permite derivar una expresión analítica para la curva probabilística S-N a partir de la curva E-N, siempre que se disponga de la curva tensión-deformación cíclica. En lo que sigue, se consideran dos casos representativos de leyes constitutivas $\sigma - \varepsilon$:

Caso 1: Material lineal-elástico isótropo sin entalla.

En este caso, se supone un campo $\varepsilon - N$ para un material que sigue una ley lineal de Hooke sin límite:

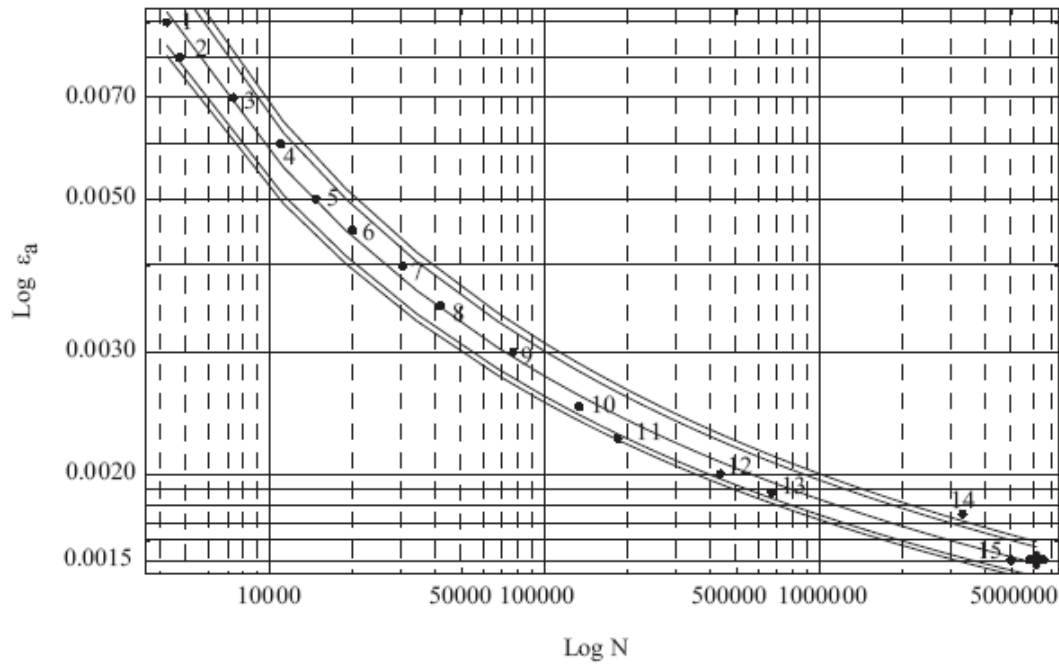


Fig. 3: Resultados y modelo ajustado del campo E-N ($\Delta\epsilon$ -log N) con curvas percentiles correspondientes a $P=0.01$, 0.05, 0.50, 0.95 y 0.99. El valor esperado del superviviente aparece como una cruz.

$$\sigma_a = E \epsilon_a, \quad (8)$$

en la que E es el módulo de Young. Una sustitución directa de (8) en (6) conduce a la definición estadística del campo S-N.

$$p = 1 - \exp \left\{ - \left[\frac{\log(N_f / N_0) \log(\sigma_a / (E \epsilon_{a0})) - \lambda}{\delta} \right]^\beta \right\}; \quad (9)$$

$$\log(N_f / N_0) \log(\sigma_a / (E \epsilon_{a0})) \geq \lambda,$$

de acuerdo con lo cual los parámetros del modelo, N_0 , β , δ y λ no varían con respecto a los del campo E-N, mientras que el límite de fatiga para la curva E-N ϵ_{a0} resulta de un desplazamiento de la curva S-N dado por:

$$\sigma_{a0} = \log E + \epsilon_{a0}. \quad (10)$$

Obsérvese que la transformación afín implica que las curvas de probabilidad siguen representadas por hipérbolas equiláteras, aunque debido a la dispersión predicha para la curva S-N aumenta considerablemente, según la relación $\sigma / \epsilon = E$.

Caso 2: Material isótropo sin entalla con una ley de Ramberg-Oswood.

En este caso, se considera una curva tensión-deformación cíclica del tipo de Ramberg-Oswood:

$$\epsilon = \frac{\sigma}{E} + \left(\frac{\sigma}{H'} \right)^{1/n'}. \quad (11)$$

A pesar de que algunos materiales muestran endurecimiento y otros ablandamiento cíclicos, el ciclo de histéresis correspondiente a la relación σ - ϵ para ese material se supone que se estabiliza en $\Delta\sigma$ para un ϵ dado. Ello permite reescribir la ecuación (11) considerando en este caso amplitudes, o rangos de deformación y tensión:

$$\epsilon_a = \frac{\sigma_a}{E} + \left(\frac{\sigma_a}{H'} \right)^{1/n'}, \quad (12)$$

con el mismo significado anterior de los parámetros.

Sustituyendo (12) en (6), se obtiene el campo S-N para estos ciclos estabilizados de histéresis:

$$p = F(N_f^*; \sigma_a^*) = 1 - \exp \left\{ - \left[\frac{\log(N_f / N_0) \log \left(\frac{1}{\varepsilon_{a0}} \left(\frac{\sigma_a}{E} + \left(\frac{\sigma_a}{H'} \right)^{1/n'} \right) \right) - \lambda}{\delta} \right]^\beta \right\}, \quad (13)$$

$$\log(N_f / N_0) \left(\frac{1}{\varepsilon_{a0}} \left(\frac{\sigma_a}{E} + \left(\frac{\sigma_a}{H'} \right)^{1/n'} \right) \right) \geq \lambda.$$

Mientras que la validez de la curva E-N se puede considerar razonablemente justificada por la presencia de un valor límite relativamente alto de la deformación, la curva S-N resultante muestra, como cabría esperar, una incurvación y un límite superior, correspondiente a la tensión última cíclica en la región superior, evidenciando así unos marcados efectos plásticos en la zona de bajo número de ciclos. Esta incurvación dificultaría una estimación directa de los parámetros de la curva S-N, dejando así patente sus límites de validez.

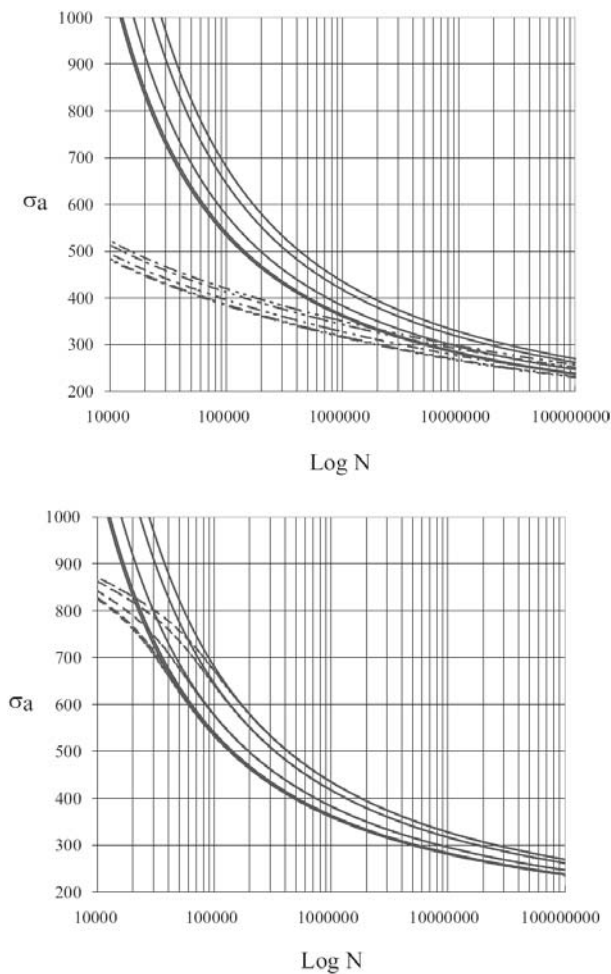


Fig. 4: Campos de Wöhler resultantes de los dos casos de material supuesto: a) correspondiente a $n'=0,1608$ y b) correspondiente a $n'=0,06$.

4. EJEMPLO DE APLICACIÓN

Para comprobar la validez del modelo propuesto, se aplicó éste a los resultados experimentales de Williams et al. [15] deducidos para un acero al carbono SAE 1137 utilizando los resultados de la deformación total, es decir, las amplitudes de la deformación y la vida total de fatiga en semiciclos, ajustando el modelo descrito en en el apartado anterior. En el ajuste se obtuvieron los siguientes valores de los parámetros:

$$B=3,596; C=-7,713; \lambda=13,716; \delta=0,852; \beta=1,796,$$

que conducen al modelo de la figura 3 en el que se representan los resultados, las curvas percentiles $P=0; 0,05; 0,50; 0,95$ y $0,99$ y el valor esperado del superviviente. El modelo muestra un buen ajuste de los resultados, con una pequeña dispersión. En este caso, de acuerdo con [2], se consideraron los siguientes parámetros de la curva de Ramberg-Oswowd $H'=1.230$ MPa y $n'=0,1608$, que tras su inclusión en la expresión (13) y tras limitar la tensión a la tensión cíclica última, permitieron deducir la correspondiente curva S-N a partir de la curva E-N. En la figura 4 se representa este caso, junto al de un material ficticio con $H'=1.230$ MPa y $n'=0,06$, en el que se aprecia una fuerte incurvación en la zona de bajo número de ciclos.

5. CONCLUSIONES

Las principales conclusiones que se derivan del presente trabajo son las siguientes:

- Se propone un modelo de regresión de Weibull para el análisis estadístico de resultados de fatiga bajo deformación.
- El modelo está basado en las mismas hipótesis fundamentales, físicas, estadísticas y de compatibilidad que las empleadas en la derivación de un modelo anterior desarrollado por los autores para la definición del campo de Wöhler mediante curvas S-N. Ello permite resolver ambos problemas de modo unificado.
- No hay necesidad de separar la deformación total en sus dos componentes, elástica y plástica. El método propuesto opera directamente con las deformaciones totales.
- El modelo proporciona una descripción analítica completa de las propiedades estadísticas del problema de fatiga de bajo número de ciclos, incluyendo la definición de las curvas cuantiles. Los resultados de las probetas supervivientes pueden incorporarse al análisis de resultados.
- La definición analítica y la posibilidad de normalización del campo E-N, independientemente del rango de deformación, facilita un posterior análisis

probabilista de daño y, consecuentemente, la predicción de vida en fatiga bajo solicitación variable en deformación, lo que supone un considerable avance en la estimación de la vida de fatiga.

AGRADECIMIENTOS

Los autores agradecen el apoyo parcial dado por la Dirección General de Investigación Científica y Técnica (DGICYT) (proyecto BIA 2005-07802-02-01) del Ministerio Español de Educación y Ciencia.

REFERENCIAS

- [1] Basquin, O. "The exponential law of endurance tests", Am. Soc. Test. Mat. Proc., 10, pág. 625-630, 1910.
- [2] Boller, Ch., Seeger T. "Material data for cyclic loading. Part B: Low-alloy steels", Elsevier, 1987.
- [3] Buckingham, E. "The principle of similitude", Nature. 96, pág. 396-397, 1915.
- [4] Castillo, E., Hadi, A. S., Balakrishnan, N., Sarabia, J. M. "Extreme values and related models with applications in Engineering and Science", Wiley Series in Probability and Statistics, 2005.
- [5] Castillo, E., Fernández Canteli. A. "A general regression model for lifetime evaluation and prediction", International Journal of Fracture, 107, pág. 117-137, 2001.
- [6] Castillo, E., Hadi, A.S. "Modeling lifetime data with application to fatigue models", Journal of American Statistical Association, Vol. 90, No. 4311, pág. 1041-1054, 1995.
- [7] Castillo E., Fernández Canteli A, Hadi A.S. "On fitting a fatigue model to data", International Journal of Fatigue. 21, pág. 97-106, 1999.
- [8] Castillo, E., López-Aenlle M., Ramos A., Fernández-Canteli, A., Kiselbach, R., Esslinger, V. "A fatigue model with local sensitivity analysis", International Journal of Fatigue, 28, pág. 1047-1058, 2006.
- [9] Coffin, L. "A study of the effect of cyclic thermal stresses on a ductile materials", Trans. ASME, 76, pág. 931-950, 1954.
- [10] Dowling, N., Thangjitham, S. "An overview and discussion of basic methodology for fatigue", Fatigue and Fracture Mechanics, ASTM STP 1389, 31, pág. 3-36, 2001.
- [11] Lee, Y.-L, Pan, J., Hathaway, R., Barkey, M. "Fatigue testing analysis (Theory and practice)", Elsevier, Burlington, 2005.
- [12] Manson, S. "Fatigue: a complex subject-some simple approximation", Experimental Mechanics, 5, pág. 193-226, 1965.
- [13] Morrow, J. "Fatigue properties of metals, Section 3.2 of Fatigue Design Handbook", Experimental Mechanics, Pub. AE-4, Society for Automotive Engineers, Warrendale, Pa., 1964.
- [14] Morrow, J. "Cyclic plastic strain energy and fatigue of metals", Internal Friction, Damping and Cyclic Plasticity, ASTM, pág. 45-86, 1965.
- [15] Williams, C., Lee, Y.-L., Rilly, J. "A practical method for statistical analysis of strain-life fatigue data", Int. Journal of Fatigue, 25, pág. 427-436, 2003.

PLASTICITY-INDUCED FATIGUE CRACK CLOSURE IN HIGH-STRENGTH STEELS: REALITY OR ARTIFACT?

Jesús Toribio, Viktor Kharin

Department of Materials Engineering, University of Salamanca,
E.P.S., Campus Viriato, Avda. Requejo 33, 49022 Zamora, Spain.
E-mail: toribio@usal.es, vikharin@gmail.com

ABSTRACT

Finite-deformation elastoplastic analyses of cracks subjected to mode I cyclic loadings at various load ranges and ratios, as well as with an overload, are presented focusing the evolutions of the near tip deformations. The results manifest the ambiguity of common justifications concerning fatigue crack closure (FCC) as the universal and intrinsic governing factor of fatigue crack growth. The Laird-Smith conceptual mechanism of cyclic crack advance by means of material transfer from the crack tip towards its flanks is visualised, but no crack closure is detected, and its supposed origin in the filling-in a crack with material stretched out of crack plane behind the tip is discarded. Nevertheless, the rate of cyclic crack growth (numerically computed) reproduces the key experimental trends of fatigue cracking concerning the roles of ΔK and overload. In addition, calculated compliance curves always manifest nonlinearity, also despite of the absence of closure, which raises serious doubts about their reliability as a method to detect and evaluate crack closure.

RESUMEN

Se presenta un análisis elastoplástico en grandes deformaciones de fisuras bajo sollicitación cíclica en modo I a distintas amplitudes y asimetrías de carga, y también con una sobrecarga, con énfasis en las deformaciones en torno al extremo de la fisura. Los resultados manifiestan la ambigüedad de las justificaciones comunes del cierre de fisura por fatiga (CFF) como el factor intrínseco y universal que gobierna el crecimiento de fisuras por fatiga. Se visualiza el mecanismo conceptual de Laird-Smith de avance cíclico de la fisura mediante traslado de material desde su punta hacia sus caras laterales, sin detectar indicios de cierre de la misma, y descartando el relleno de material deformado situado fuera del plano de la misma como supuesto origen de dicho cierre. Sin embargo, la velocidad de crecimiento cíclico de la fisura (calculada numéricamente) reproduce las tendencias experimentales clave de la fisuración por fatiga en cuanto a los efectos de ΔK y de la sobrecarga. Además, las curvas de flexibilidad calculadas siempre manifiestan no-linealidad, también a pesar de la ausencia de cierre de fisura, lo que hace aflorar serias dudas en cuanto a su fiabilidad como método para detectar y evaluar el cierre de fisura.

KEYWORDS: Fatigue, Crack blunting—re-sharpening, Crack closure, Large strains.

1. INTRODUCTION

Plasticity-induced fatigue crack closure (PIFCC) is believed by many to be an intrinsic feature of the fatigue crack growth (FCG) [1], although not everybody involved in fatigue analyses shares this conviction [2-4]. Despite crack closure has been focused for over 35 years of investigations using a range of approaches, since its raising by Elber, neither agreement between measurements by different methods nor consensus of opinions on the relevance, and even the very existence, of the PIFCC in the course of FCG do exist, cf. [1-5].

With the idea of the stress intensity range ΔK as the driving force for FCG, fatigue crack closure (FCC) is usually considered as the physical mechanism directly responsible for the dependence of FCG on K_{\max} or load ratio $R = K_{\min}/K_{\max}$, as well as on over- or underload, forming thus a framework to interpret many FCG effects. The crack closure due to various possible

sources (incidental ones, such as in-crack debris, oxides or other chemical in-crack depositions and crack surface roughness, or ubiquitous such as crack-tip plasticity) is apparently out of doubts as a phenomenon potentially accompanying FCG under certain conditions. However, specifically PIFCC still is quite dubious as a universal intrinsic mechanism responsible for a variety of aspects of fatigue. A great deal of uncertainty owes here to the difficulties of direct detection of closure, which is evaluated subtly either making deductions from the FCG data (i.e., postulating *a priori* the role of supposed closure in the process) or interpreting the compliance curves obtained with clip gauges, strain gauges or other load-deformation measurements [1,5]. This way, the very identification of PIFCC lacks of convincing proofs, and its responsibilities in FCG remain debatable.

With regard to this, analysis of fine peculiarities of the crack tip displacement, stress and strain fields is essential for unveiling the really relevant factors of

FCG, as well as for understanding the behaviour of cracks through linking pertinent mechanical fields with the mechanisms of local damage and crack advance. Since *in situ* measurements of the mechanical variables of interest are hardly feasible near the crack tip, computational simulation is the right way to determine them. With regard to this, accounting for both physical (inelasticity) and geometrical (large deformations) nonlinearities is essential for realistic implications for fracture. Up to date, among available analyses of cracks, some, including comprehensive ones [6,7], have not accounted for large deformations, whereas others [8-11], although fulfilling this deficiency, have been confined to monotonic loading or presented partial data concerning cyclic one.

This paper offers the results of numerical modelling of the evolution of deformations at the crack tip subjected to mode I cyclic loading under plane strain and small-scale yielding (SSY) with the aim to clarify some aspects relevant to crack behaviour in metals and alloys in fatigue. Thus it is intended to contribute to "purify the responsibilities" and advance towards resolution of some long-standing controversies, such as, about the crack blunting—re-sharpening behaviour at load cycling, the crack closure or the sources of the overload effect in FCG.

A typical medium-high strength steel was taken as a model material in the computations. However, using normalisation techniques, the generated elastoplastic solutions are applicable not only to a particular material but to a similitude class of situations fixed by the magnitudes of pertinent dimensionless parameters, such as the ratio of Young modulus E to the yield stress σ_Y , Poisson coefficient ν , and so on.

2. MODELLING

At large strains, material hardening approaches saturation, so that elastic—perfectly-plastic constitutive model can be an acceptable approximation, provided the value of its key parameter σ_Y corresponds not to the initial yield point in a tension test, but to some saturation stress level (the "effective" yield stress as modified by strain-hardening). The model of ideal elastoplastic solid having $E = 200$ GPa, $\nu = 0.3$ and $\sigma_Y = 600$ MPa with von Mises yield criterion and associated flow rule was chosen. Neither damage accumulation (apart from plasticity) nor crack growth by bond breaking (decohesion) was involved.

The model of undeformed crack was a parallel-flanks slot of the width $b_0 = 5$ μm and semicircular tip, as substantiated elsewhere [9]. Analysed test-pieces—edge- and centre-cracked plates—and loadings were mainly such as justified and used in previous studies [9,11] with special care to ensure the SSY and employment of the stress intensity factor K as the reasonable controlling parameter of the near tip situation (K -dominated crack tip autonomy).

The simulations were performed for constant amplitude loading patterns at different load ranges ΔK and ratios R , and the effect of a single overload was considered, too. The simulated load cases consisted of up to ten loading-unloading cycles along the patterns as follows:

- (I) $\Delta K = K_0$, $R = 0$;
- (II) $\Delta K = 2K_0$, $R = 0$;
- (III) $\Delta K = K_0$, $R = 0.5$;
- (IV) $\Delta K = K_0$, $R = 0$, with an overload to $K_{ov} = 2K_0$ in the sixth cycle,

with the reference value $K_0 = 30$ $\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$, which renders the loading regimes when fatigue cracking usually goes on in steels [2,12].

Large-deformation elastoplastic solutions were obtained using a nonlinear finite element code with updated lagrangian formulation as described elsewhere [9]. The mesh design followed the guidelines from the previous studies of large near-tip deformation under monotonic and cyclic loadings [8,9], and the optimum one was formed by bi-linear quadrilateral elements with the size of the smallest near tip ones $0.02b_0$.

3. RESULTS

For all test-pieces and load cases, displacements near the crack tip evolved similar to what is shown in Fig. 1, where cyclic crack blunting and re-sharpening is obvious, as well as crack growth Δa_p is seen as a movement of the tip apex A_0 with respect to its initial location, which goes on by plastic deformation without bond breaking.

Although the crack upon unloading acquires here a keyhole shape shrinking in a wake behind the tip (Fig. 1d), deformed crack width b_1 never and nowhere returns to the initial value b_0 . That is, plastic crack growth does go on, but no crack closure takes place. This contradicts the results of small-displacement simulations [6] in which, however, bond breaking was involved.

Fig. 2 displays this plastic crack advance Δa_p in terms of a time-like parameter t (it was taken for convenience to render sine-waveform applied load paths shown there, too). The inferior straight-line envelopes for the $\Delta a_p(t)$ -patterns mark there resulting crack advancement. Their slopes render corresponding magnitudes of the rate of plastic crack growth $(da/dN)_p$. Along constant-amplitude loading periods this rate appears to be a function of ΔK , whereas the role of R (or K_{\max}) is indiscernible. Calculated $(da/dN)_p$ values are of the order of 10^{-6} m/cycle, which is proper for the Paris regime in steels [2,12]. The Paris-like equation

$$\left(\frac{da}{dN} \right)_p = \text{const} \cdot \Delta K^m \quad (1)$$

may be fitted with generated numerical results at $m = 2.15$, which is reasonable for many alloys [12].

It is worth emphasising that this deformation-only mode of crack extension is sensible to an overload, which halts simulated crack advance (Fig. 2d).

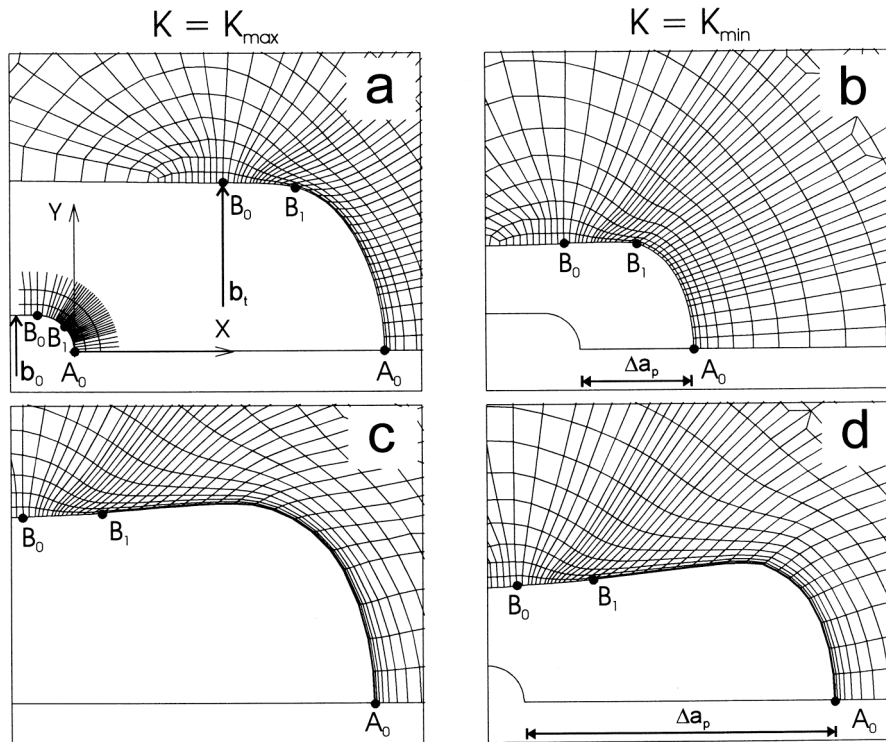


Fig. 1. Crack tip deformations in the double-edge-cracked panel at K_{\max} and K_{\min} (unloading) of the first (a,b) and the fifth (c,d) cycle of the loading route II. Undeformed tip contour is seen in the bottom-left corners in (a,b,d), and the undeformed mesh fragment is shown in (a).

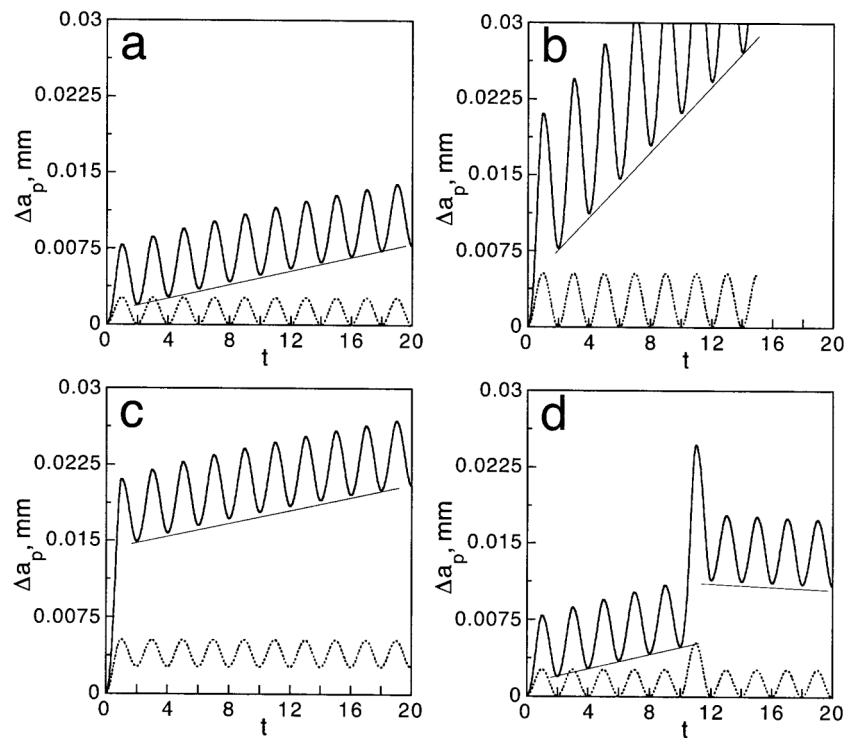


Fig. 2. Plastic crack extensions (solid lines) during respective loading regimes (dotted lines, arbitrary units).

4. DISCUSSION

Performed simulations evidence cyclic plastic crack growth. As a matter of fact, Fig. 1 visualises the Laird-Smith conceptual scheme of FCG in ductile materials by blunting and re-sharpening [12, p.198], whereas Fig. 2 represents the effects of ΔK and overload, which are consistent with experimental trends of FCG [2,12]. No signs of PIFCC have ever been detected, so, it must be neither a necessary requisite nor a decisive factor for such FCG trends.

Despite agreement between modelling and experimental trends, we are far from claiming that the Laird-Smith plastic advancement is the whole mechanism of FCG, since this inevitably involves material damage and breaking driven by the stress-strain evolution in the process zone, so that FCG proceeds by mechanisms of deformation and damage which go on simultaneously. However, this can convert the "measurements" of PIFCC from FCG behaviour into an *artifact*, since plastic advancement, being the clearly ubiquitous contributor to FCG (although with greater or less share), behaves itself in agreement with known experimental FCG trends with no aid of PIFCC.

Moreover, deformed meshes in Fig. 1 reveal the way of FCG by means of material transfer from the crack front onto lateral faces of the crack, as is seen in a neighbourhood of the material point B_1 . There material "bricks" initially situated a little bit aside the top A_0 of the arc $B_0B_1A_0$, which shapes undeformed tip, move sideways forming crack flank increments. These are also enlarged by stretching in the in-plane of the crack direction with large strain $\epsilon_{xx} > 0$ (Fig. 3).

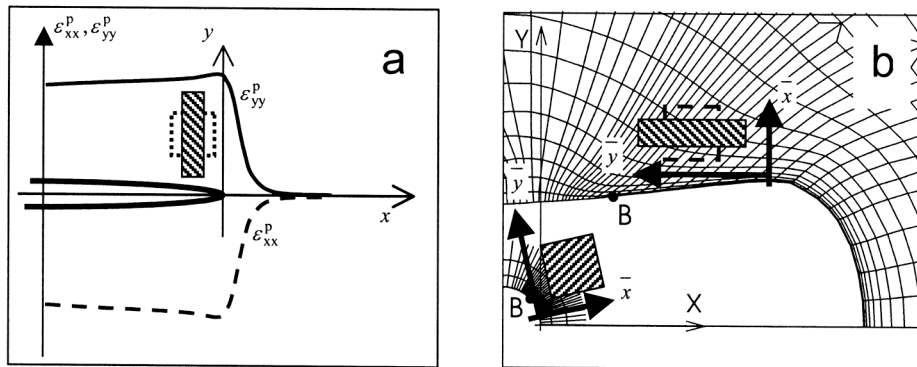


Fig. 4. Schematics of the small-deformation analysis results [6, Fig. 8] to rationalise the mechanism of PIFCC showing where from material supposedly comes to fill-in the crack, in (a), vs. the large-deformation simulation results showing where to material goes to make the crack growing ahead, in (b).

Indeed, the results of small- and large-deformation analyses concerning the near tip strains are not so contradictory one to another in terms of deformations of material elements near the tip contour with respect to local frames (\bar{x}, \bar{y}) , which are formed by material points and move together with the material elements,



Fig. 3. Distribution of plastic strain ϵ_{xx}^p at the end of the sixth cycle of the route II in deformed solid configuration (original tip is in the bottom-left corner).

Computed displacement and strain fields (Figs. 1 and 3) not only reveal the way of crack extension but also discard the mechanism of PIFCC suggested from small-strain modelling [6], that stretching of material elements in the direction normal to the crack plane behind the tip can fill-in the crack with deformed material, and this way produce PIFCC at unloading. This comes out from the data (see scheme in Fig. 4a) that out-of-plane elongation of material elements under plane strain incompressible plasticity left on the crack faces behind the tip at unloading $\epsilon_{yy}^p > 0$ and $\epsilon_{xx}^p \approx -\epsilon_{yy}^p < 0$.

However, these results contradict to Figs. 1 and 3, which manifest that this mechanism turns out to be not operative when large displacements, and rotations in particular, of material elements are taken into account.

as shown in Fig. 4b. Considering there near-tip material "bricks" having their local coordinates (\bar{x}, \bar{y}) in the undeformed configuration nearly collinear with the global spatial coordinates (X, Y) , these local material frames at large deformations rotate together with their material carriers to about 90° . That is, in

local material frames (\bar{x}, \bar{y}) the strains on the crack faces behind the tip evidently are $\varepsilon_{yy}^p > 0$ and $\varepsilon_{xx}^p < 0$, i.e., they behave similarly to what was obtained in small-deformation modelling [6], where, however, the local material and global spatial coordinates remain always the same. In large deformation analysis they are not, and so, the strain $\varepsilon_{xx}^p < 0$ in local material coordinates transforms into $\varepsilon_{xx}^p \approx \varepsilon_{yy}^p > 0$ in global spatial ones for certain material elements near the crack tip (Figs. 3 and 4b). This way, large displacements and rotations in the crack tip vicinity transfer material not to fill-in the crack behind the tip and render PIFCC, but to form extending increments of flanks, i.e., plastic crack advance. This provides the reason to consider an *artifact* the suggested origin of PIFCC.

Generated results bring also doubts concerning the approach based on variation of specimen compliance as an indicator of the very existence and the measure of crack closure [1,5,12], which roots in the idea of the effective crack-length dependence of the specimen elastic compliance. Closure loads are there identified by deviation from linearity in compliance curves "load—deformation (displacement or strain)" as it is schematised in Fig. 5. To this end, all load-displacement and load-strain data from the simulations presented herein displayed compliance variability. The points in Fig. 5 give one example of them calculated for centre-cracked panel, where strain values represent the ε_{yy} results averaged over the area of virtual strain gauge of the size about 0.1x0.2 mm placed 0.2 mm ahead of the tip. Processing in conformity with the slope variation method used in "measurements" of PIFCC (Fig. 5), these simulated compliance curves can render certain values of supposed crack closure, which, however, has never occurred in the simulations, but cyclic crack extension did take place, as it has been already pointed out. Therefore, compliance-based "evidences" of crack closure can become *artifacts*, in particular, with regard to PIFCC.

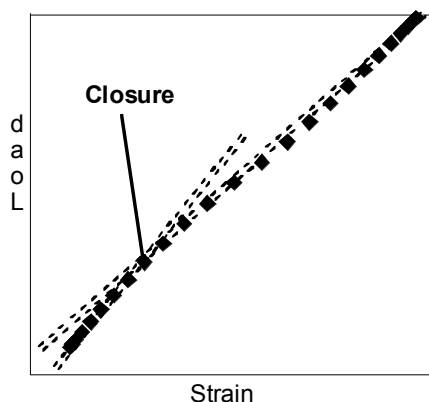


Fig. 5. Simulated local compliance curve (points) and its processing according to the slope variation approach to identify the event of supposed crack closure.

As a final remark about the idea of closure as the intrinsic factor and key rationale for FCG trends concerning the roles of ΔK and K_{max} , variable load amplitude, over- or under-load peaks, etc. [1,12], stress-strain data from previous elastoplastic simulations [11] evidenced that both ΔK and K_{max} affect substantially the near tip stresses and plastic strains, whose evolutions manifest affinities with experimental trends of fatigue cracking as to the role of ΔK , K_{max} and the overload. This brings a support to the idea [2-4] that FCG must be governed by stress and strain fields ahead of the tip, apparently via their control over the really intrinsic process constituents — damage accumulation and rupture (bond-breaking) under definite stress-strain fields, so that the resulting FCG process becomes a *two-parameter* one in terms of fracture mechanics variables ΔK and K_{max} . This way, cyclic stress and strain states ahead of the tip acquire the importance of the intrinsic factors of FCG, whereas crack closure of various origins turns out to be an extrinsic factor [2], which may sometimes be an accompanying, but neither ubiquitous nor decisive one.

5. CONCLUSIONS

High-resolution elastoplastic simulations of plane-strain tensile crack in medium-high strength steels under cyclic loading were performed addressing the effects of the load range, ratio and overload on the crack tip deformations.

Generated results visualised plastic crack growth by means of material transfer from the crack tip towards its flanks, but no signs of plasticity-induced fatigue crack closure (PIFCC) were detected. However, this calculated plastic crack growth itself reproduced the key features of fatigue cracking concerning the role of ΔK and the arrest by overload. This raises reasonable doubts concerning the exclusive responsibility of closure for the mentioned effects, as well as this questions the deductions about hypothetical crack closure derived from the crack growth data.

Moreover, simulations discarded the supposed mechanism of crack closure due to out-of-plane stretching of material elements filling-in the crack and coming in contact at unloading, which was justified earlier by small-deformation simulations. It was shown that this elongation of material elements, accompanied with large displacements and rotations, contributes to the enlargement of crack, but not to its closure. This mode of crack growth during cyclic loading merely by plastic deformation without bond breaking provides visualisation of the Laird-Smith physical concept of fatigue cracking by blunting—re-sharpening.

All simulated specimen compliance curves, both local and global ones, turned out to be nonlinear merely because of crack tip plasticity without any hypothetical contribution of crack closure, which clears off the reasons for the detections and evaluations of crack

closure from the compliance changes registered in experiments, bringing them a great deal of uncertainty.

This way, generated results manifest the ambiguity of main justifications about the crack closure as the governing factor of key importance for fatigue crack growth.

Acknowledgements

Los autores desean hacer constar su agradecimiento a las siguientes instituciones: MCYT-FEDER (Proyecto MAT2002-01831), MEC (Proyecto BIA2005-08965), JCyL (Proyectos SA078/04, SA067A05 y SA111A07), Universidad de Salamanca (Proyecto USAL 2005-09) y Fundación "Memoria D. Samuel Solórzano Barruso".

REFERENCES

1. Overview, in: *Advances in Fatigue Crack Closure Measurement and Analysis: Second Volume*, ASTM STP 1343, pp. xi-xiv, ASTM, West Conshohocken, 1999.
2. Ritchie, R.O., "Mechanisms of crack propagation in ductile and brittle solids", *International Journal of Fracture*, 1999, **100**, pp. 55-83.
3. Louat, N., Sadananda, K., Duesbery, M. and Vasudevan, A.K., "A theoretical evaluation of crack closure", *Metallurgical Transactions*, 1993, **24A**, pp. 2225-2232.
4. Vasudevan, A.K., Sadananda, K., Glinka, G., "Critical parameters for fatigue damage", *International Journal of Fatigue*, 2001, **23**, pp. S39-S53.
5. Xu Yigeng, Gregson, P.J., Sinclair, I., "Systematic assessment of compliance-based crack closure measurements in fatigue", *Materials Science and Engineering*, 2000, **A284**, pp. 114-125.
6. McClung, R.C., Thacker, B.H., Roy, S., "Finite element visualisation of fatigue crack closure in plane stress and plane strain", *International Journal of Fracture*, 1991, **50**, pp. 27-49.
7. Ellyin, F., Wu, J., "Elastic-plastic analysis of a stationary crack under cyclic loading and effect of overload", *International Journal of Fracture*, 1992, **56**, pp. 189-208.
8. McMeeking, R.M., "Finite deformation analysis of crack tip opening in elastic-plastic materials and implications for fracture", *Journal of the Mechanics and Physics of Solids*, 1977, **25**, pp. 357-381.
9. Toribio, J., Kharin, V., "Role of fatigue crack closure stresses in hydrogen assisted cracking", in: *Advances in Fatigue Crack Closure Measurement and Analysis*. ASTM STP 1343, American Society for Testing and Materials, pp. 440-458, 1999.
10. Tvergaard, V., "On fatigue crack growth in ductile materials by crack-tip blunting", *Journal of the Mechanics and Physics of Solids*, 2004, **52**, pp. 2149-2166.
11. Toribio, J. and Kharin, V., "Crack-tip stress-strain fields during cyclic loading and effect of overload", *International Journal of Fracture*, 2006, **139**, pp. 333-340.
12. Suresh, S., *Fatigue of Materials*. Cambridge University Press, Cambridge, 1991.

FRACTURA INTERGRANULAR EN BICRISTALES DE COBRE ENFRAGILIZADOS. EFECTO DE LA ORIENTACIÓN CRISTALINA

Diego González, J.M. Martínez-Esnaola, J. Gil Sevillano

CEIT y TECNUN (Universidad de Navarra),
P. Manuel Lardizabal 15,
20018 San Sebastián
E-mail: dgonzalez@ceit.es

RESUMEN

Se ha simulado mediante el método de los elementos finitos la fractura intergranular en modo I de un bicristal de cobre por una junta de flexión simétrica $\Sigma 9 [110](\bar{2}\bar{2}1)$ utilizando un modelo de plasticidad cristalina definido en grandes deformaciones, que incorpora endurecimiento por gradiente de deformación. El fenómeno de la fractura se ha simulado mediante elementos cohesivos situados en la junta de grano. Cuando el mecanismo de fractura no es puramente frágil, el comportamiento mecánico depende del sentido de avance de la grieta sobre la junta, en consonancia con observaciones experimentales y con otras simulaciones numéricas ya publicadas.

ABSTRACT

The intergranular fracture in pure mode I of a copper bicrystal along a symmetric tilt boundary $\Sigma 9 [110](\bar{2}\bar{2}1)$ has been modelled by means of the finite element method using a crystal plasticity model defined within a finite deformation framework and incorporating strain gradient hardening. The fracture phenomenon has been modelled using cohesive elements disposed on the tilt boundary. When the fracture is not purely brittle, the mechanical behaviour depends on the crack advance direction on the tilt boundary, in agreement with experimental results and other published numerical simulation.

PALABRAS CLAVE: Fractura intergranular, elemento cohesivo, plasticidad cristalina, gradiente de deformación

1. INTRODUCCIÓN

Se ha simulado mediante el método de los elementos finitos la fractura intergranular en modo I de un bicristal de cobre por una junta de flexión simétrica $\Sigma 9 [110](\bar{2}\bar{2}1)$ con objeto de estudiar la dependencia del comportamiento mecánico del sistema respecto del sentido de avance de la grieta, fenómeno al que en adelante se referirá como dependencia respecto del sentido de avance. En la figura 1 se muestra un esquema del problema de fractura que se ha abordado en este trabajo. Diversos trabajos experimentales muestran esta dependencia en la fractura de bicristales, de entre los que se destaca el estudio de Wang y Anderson [1] por estar centrado en el mismo problema que el aquí referido. Sus resultados muestran que la propagación de la grieta por el plano cristalográfico $(\bar{2}\bar{2}1)$ de una junta de flexión simétrica $\Sigma 11$ genera diferentes comportamientos mecánicos en función del sentido de la misma, obteniendo una propagación de tipo frágil en el sentido $[1\bar{1}\bar{4}]$ y de tipo dúctil en $[\bar{1}14]$. También se han desarrollado numerosos estudios numéricos directamente relacionados con esta misma temática. De especial relevancia es el estudio de Tang et al. [2], dada

la validez de las herramientas numéricas empleadas así como la cantidad de parámetros estudiados y por estar también centrado en una intercara frágil de un bicristal de cobre. Así mismo, la dependencia del sentido del avance sobre esta junta ha sido estudiada a escala atómica por Luque et al. [3,4], mediante dinámica molecular.

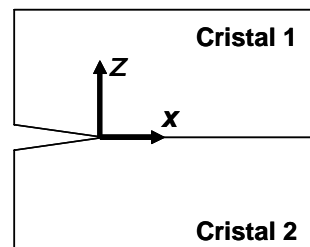


Figura 1. Esquema de la fractura de un bicristal por una junta de flexión simétrica.

En este trabajo se ha utilizado un modelo de plasticidad cristalina implementado bajo la teoría de grandes deformaciones. Se trata de un modelo más avanzado que el de plasticidad convencional, al definir el fenómeno de la plasticidad a nivel del deslizamiento en

los sistemas cristalográficos, lo que permite tener en cuenta la anisotropía plástica del cobre, aspecto éste clave para poder capturar el fenómeno de la dependencia respecto del sentido de avance. El modelo de plasticidad cristalina implementado considera una teoría de endurecimiento que incluye el efecto del gradiente de deformación, de especial relevancia en las proximidades de la punta de la grieta caracterizada por enormes gradientes de tensión y deformación.

El fenómeno de la fractura se ha modelizado mediante la teoría de zona cohesiva. En la intercara que constituye la junta de grano se han introducido elementos cohesivos que simulan el comportamiento fenomenológico de la grieta en su origen y en su propagación. La ley cohesiva utilizada es de tipo triangular y como parámetros de la misma se han definido la energía de adhesión, la tensión máxima y la posición relativa de la tensión máxima.

El modelo tridimensional consiste en una geometría semicircular centrada en la punta de la grieta. Se ha tenido en cuenta la simetría existente en el problema según el plano de la grieta, modelizando así sólo una mitad del problema. La carga en modo I sobre esta geometría se ha impuesto a través de los desplazamientos del contorno semicircular del modelo, definidos por los campos asintóticos elásticos lineales isótropos.

El programa comercial de elementos finitos utilizado en este análisis es ABAQUS. La plasticidad cristalina con gradiente se ha implementado en una subrutina de usuario tipo UMAT y la fractura cohesiva en una UEL (ambos nombres responden a una nomenclatura propia del programa para subrutinas específicas). El lenguaje de programación de las mismas es FORTRAN.

En la primera parte de este trabajo se presenta en detalle el modelo desarrollado, describiendo las teorías de plasticidad cristalina y de gradiente de deformación empleadas así como las características del elemento cohesivo utilizado. En la segunda parte se presentan los resultados obtenidos referidos tanto a los campos de deformaciones como a la resistencia a la propagación de la grieta.

2. DESCRIPCIÓN DEL MODELO

El modelo desarrollado representa una estrecha franja de la mitad superior del bicristal. Sólo se ha considerado una mitad del problema (con el consiguiente ahorro computacional) dada la simetría existente en el mismo – la geometría, la carga en modo I y las orientaciones cristalográficas presentan simetría respecto del plano de la grieta–. La franja considerada posee una geometría semicircular de 1 mm de radio y está centrada en la

punta de la grieta, tal como se muestra en la figura 2(a). El espesor del modelo se ha fijado en 1 μm (buscando de nuevo un ahorro computacional), dado el nulo interés del análisis en esta dirección al darse en el modelo deformación plana en todos sus puntos (esto es así por las condiciones de contorno impuestas y la existencia de una segunda simetría en el problema según la dirección del espesor).

El sistema de referencia utilizado está dispuesto de forma que el eje y es paralelo al frente de la grieta, el eje z es perpendicular al plano de la grieta y su dirección de crecimiento viene definida por el eje x . Los planos xy y xz son, por tanto planos de simetría del cristal y de la geometría de la fractura.

El estudio de la dependencia respecto del sentido de avance de la grieta se ha desarrollado con dos orientaciones del cristal, con 180° de desorientación según el eje z entre ambas, de forma que la propagación de la grieta es en ambos casos en el sentido positivo del eje x , por lo que los elementos cohesivos han sido dispuestos en el lado derecho del frente de la grieta. Definir dos orientaciones distintas permite trabajar con un modelo único y no tener que generar dos modelos distintos con la misma orientación del cristal, uno para cada sentido del avance de la grieta.

Las condiciones de contorno se muestran también en la figura 2(a). Se ha impuesto desplazamientos nulos para ambos laterales del modelo en la dirección y . Una parte de la base del modelo situada a la derecha del frente de la grieta (en el sentido de la propagación) y suficientemente alejada de la punta de la grieta, ha sido fijada en sus desplazamientos según los ejes y y z con el objetivo de no disponer elementos cohesivos más allá del área que se va a delaminar (de nuevo, en aras de un ahorro computacional). La carga responsable de un modo I de fractura macroscópico se ha impuesto a través de los desplazamientos del contorno semicircular del modelo, calculados a partir de los campos asintóticos elásticos (elasticidad lineal isótropa).

El mallado del modelo consta de 21000 elementos paralelepípedos de ocho nodos (C3D8 según la notación de ABAQUS), que constituyen todo el volumen del modelo. El espesor del modelo ha sido definido mediante una sola capa de elementos. La definición del mallado es mucho mayor en la zona que rodea a la punta de la grieta durante la propagación de la misma, tal como se ve en la figura 2(b). En la base del modelo, a la derecha del frente de grieta inicial y a lo largo de 200 μm , se han dispuesto 100 elementos cohesivos por los que la grieta propaga, también con un espesor igual al del modelo.

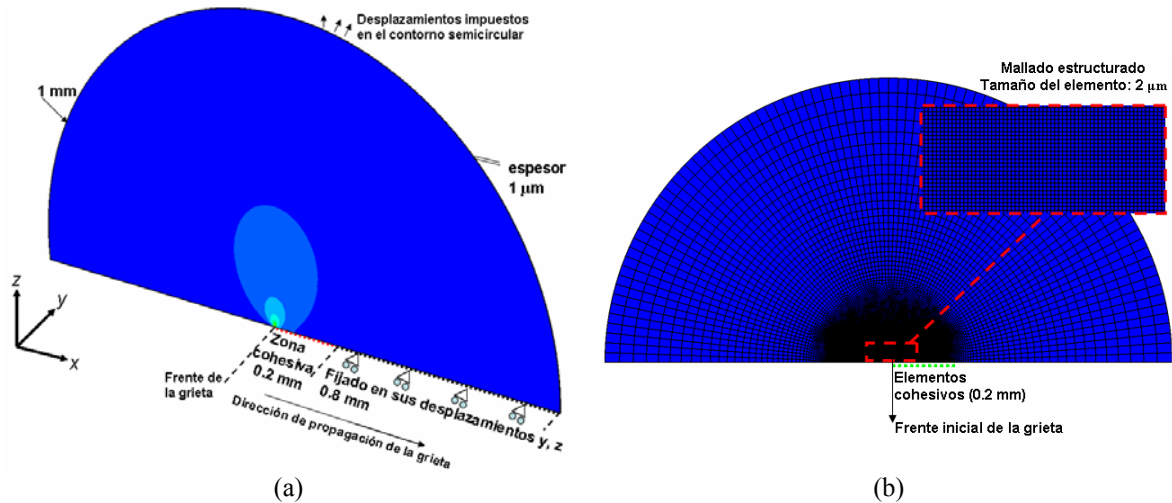


Figura 2. (a) Modelo desarrollado para el análisis. El borde de grieta inicial se encuentra en el centro del contorno semicircular. (b) Mallado del modelo. Se muestra un detalle del mallado en una zona cercana al frente de grieta, con tamaño de elemento de 2 μm .

2.1. Orientación cristalográfica en los dos casos de estudio

En las siguientes líneas se definen las dos orientaciones cristalográficas con las que se ha estudiado la dependencia respecto del sentido de avance. Como se ha dicho, entre ambas existe una desorientación de 180° según el eje z . La primera de las dos es tal que la dirección $[1\bar{1}4]$ coincide con el eje x , la dirección $[110]$ con el eje y y la dirección $[2\bar{2}1]$ con el eje z , y será referida en adelante como la orientación de la propagación de tipo frágil, pues la bibliografía [1,2] muestra que con ella se da este tipo de propagación. La segunda orientación es simétrica respecto de la anterior según el plano yz ; la dirección $[\bar{1}14]$ coincide con el eje x y la dirección $[\bar{1}\bar{1}0]$ con el eje y , manteniéndose invariante la dirección sobre el eje z . Esta segunda orientación será referida en adelante como la propia de la propagación de tipo dúctil. La orientación de la propagación de tipo frágil se recoge en la figura 3, tomada de Saeedvafa [5].

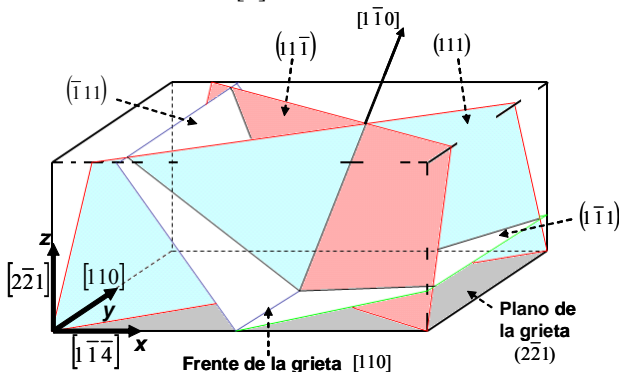


Figura 3. Se han dibujado respecto del sistema de referencia los cuatro planos cristalográficos más activos en el presente análisis. También aparecen el plano de la grieta y el frente de la misma.

Los sistemas de deslizamiento de un cristal FCC a temperatura ambiente son de la familia $\{111\}\langle 110 \rangle$, constituida por doce sistemas. De estos doce, seis van a ser especialmente activos aquí por su especial orientación respecto a la grieta. Dada la simetría cristalográfica según el eje y , estos seis sistemas se pueden agrupar en tres parejas, cada una de ellas con una dirección de deslizamiento efectiva: la combinación de los sistemas coplanares $(\bar{1}11)[101]$ y $(\bar{1}11)[0\bar{1}1]$, con la dirección de deslizamiento efectiva $[1\bar{1}2]$, la combinación de los sistemas coplanares $(\bar{1}11)[101]$ y $(\bar{1}11)[011]$, con la dirección de deslizamiento efectiva $[\bar{1}12]$ y la combinación de los sistemas colineales $(111)[1\bar{1}0]$ y $(111)[\bar{1}10]$ con el plano de deslizamiento efectivo (110) y la dirección de deslizamiento efectiva común $[1\bar{1}0]$. Estos tres pares de sistemas se muestran en la figura 3.

2.2. Modelo de zona cohesiva

El fenómeno de la fractura se ha modelizado mediante elementos cohesivos implementados en una subrutina de usuario en base a la teoría de zona cohesiva y han sido dispuestos en el área donde la fractura sucede. La teoría de zona cohesiva reproduce el comportamiento fenomenológico del proceso de fractura sin llegar a plantear el problema atómico que subyace en el proceso. A partir de los valores de desplazamiento relativo en parejas de puntos inicialmente unidos (cada uno en una cara del elemento) se calculan las tensiones entre los mismos. Para ello se definen una longitud y una tensión características, δ y σ respectivamente, relacionadas mediante una función generalmente referida como ley cohesiva. La ley cohesiva utilizada en el presente trabajo es triangular, tal como se ve en la figura 4. Los parámetros que definen esta ley cohesiva son la energía de fractura de la intercara, G_0 , que

coincide con el área bajo la función, la tensión máxima, $\hat{\sigma}$, y la posición relativa de esta tensión máxima, δ_0 .

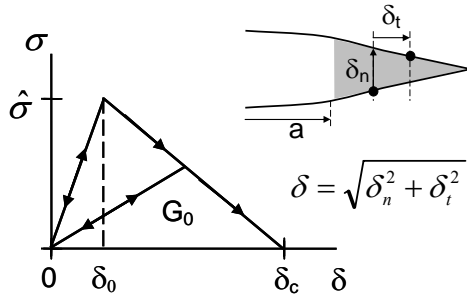


Figura 4. Ley cohesiva utilizada en las simulaciones.

El elemento cohesivo utilizado en el análisis consta de 8 nodos, agrupados en 4 parejas de nodos que comparten inicialmente la misma posición. En la implementación del elemento cohesivo se han definido cuatro puntos de integración.

2.3. Modelo de plasticidad cristalina con gradiente de deformación

Se ha definido la plasticidad del cobre mediante un modelo de plasticidad cristalina con endurecimiento por gradiente de deformación. Se ha considerado una ley de tipo potencial para definir la velocidad de deslizamiento, $\dot{\Gamma}_i$, a partir de la tensión de cortadura resuelta, τ_i , en cada uno de los 12 sistemas de deslizamiento del material ($i = 1, 12$),

$$\frac{\dot{\Gamma}_i}{\dot{\Gamma}_0} = \left| \frac{\tau_i}{\tau_0} \right|^{1/m} \text{sgn}(\tau_i) \quad (1)$$

donde $\dot{\Gamma}_0$ y m son parámetros del material. La tensión crítica τ_0 se ha hecho depender de la densidad total de dislocaciones, ρ , a través de la siguiente ley de endurecimiento,

$$\tau_0 = \tau_f + \alpha G b \sqrt{\rho} \quad (2)$$

donde τ_f es una tensión umbral, independiente de la densidad de dislocaciones, b es el vector de Burgers y G es el módulo de cortadura plástico resuelto en el sistema $\{111\}\langle 110 \rangle$. El parámetro α depende de ρ en la forma [6],

$$\alpha = 0.057 \log \left(\frac{1}{b \sqrt{\rho}} \right) \quad (3)$$

La densidad de dislocaciones total, ρ , se define como la suma de la densidad de dislocaciones estadísticamente almacenadas, ρ_s , y la densidad de dislocaciones geoméricamente necesarias, ρ_g ,

$$\rho = \rho_s + \rho_g \quad (4)$$

La densidad de dislocaciones geoméricamente necesarias se ha calculado a partir de los gradientes de deslizamiento como

$$\rho_g = \sum_i (\rho_g)_i = \frac{1}{b} \sum_i |\mathbf{n}_i \times \nabla \Gamma_i| \quad (5)$$

donde Γ_i es el deslizamiento que ha tenido lugar en el sistema i y \mathbf{n}_i es el vector unitario normal al plano de deslizamiento del sistema i .

La evolución de las dislocaciones estadísticamente almacenadas se ha calculado suponiendo una cinética de Kocks-Mecking modificada [6],

$$\frac{d\rho_s}{d\Gamma} = C_1 \rho^{1/2} - C_2 \rho_s \quad (6)$$

donde Γ es el deslizamiento total, $\Gamma = \sum_i \Gamma_i$, y C_1 y C_2 son parámetros del material.

3. RESULTADOS

En este apartado se muestran, para las dos orientaciones estudiadas, los resultados referidos al deslizamiento cristalográfico acumulado de los doce sistemas de deslizamiento, $\sum_i \int d|\Gamma_i|$, y la evolución de la resistencia de la grieta en su propagación.

Los valores de los parámetros del modelo que se han utilizado en la simulación de la fractura del bicristal de cobre se especifican a continuación. En el modelo de plasticidad cristalina con gradiente de deformación se tiene: $\dot{\Gamma}_0 = 0.006 \text{ s}^{-1}$, $\tau_0 = 4.21 \text{ MPa}$, $m = 0.02$, $C_1 = 1.36 \times 10^8 \text{ m}^{-1}$, $C_2 = 4.2$, $G = 42.1 \text{ GPa}$, $b = 0.256 \text{ nm}$. La densidad de dislocaciones inicial considerada ha sido $\rho_0 = 4.6 \times 10^{12} \text{ m}^{-2}$. En el modelo de zona cohesiva se tiene: $G_0 = 50 \text{ J/m}^2$, $\hat{\sigma} = 1 \text{ GPa}$, $\delta_0 = 0.1$. Los valores que definen la elasticidad del cobre son $E = 120 \text{ GPa}$ y $\nu = 0.3$.

En la figura 5 se muestran para las dos orientaciones los mapas de contorno del deslizamiento cristalográfico acumulado de los doce sistemas para dos situaciones de carga, $K_I = 3.7 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ y $K_I = 8.4 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$. El primer valor es previo a la propagación de la grieta y el segundo corresponde a una propagación de unas $3 \mu\text{m}$ para ambas orientaciones. El límite inferior del deslizamiento acumulado se ha fijado en 0.006 (aproximadamente equivalente al valor estándar de 0.2% de deformación plástica en un ensayo de tracción, si se supone un factor de orientación ≈ 3), de forma que en color aparece sólo la zona plástica que rodea al frente de grieta. Se ha de señalar que los mapas de contorno

son distintos para ambas orientaciones bajo los mismos niveles de carga, tal como se señala en [2].

Se han construido las curvas R (en términos de K_I y de J) para ambos casos de estudio y se recogen en la figura 6. A la vista de los resultados se aprecia que

inicialmente la resistencia a la propagación es similar en ambas orientaciones y que a medida que la grieta crece, la resistencia a la propagación es ligeramente superior en el caso de la orientación dúctil, en consonancia con los resultados numéricos referidos en la bibliografía [2].

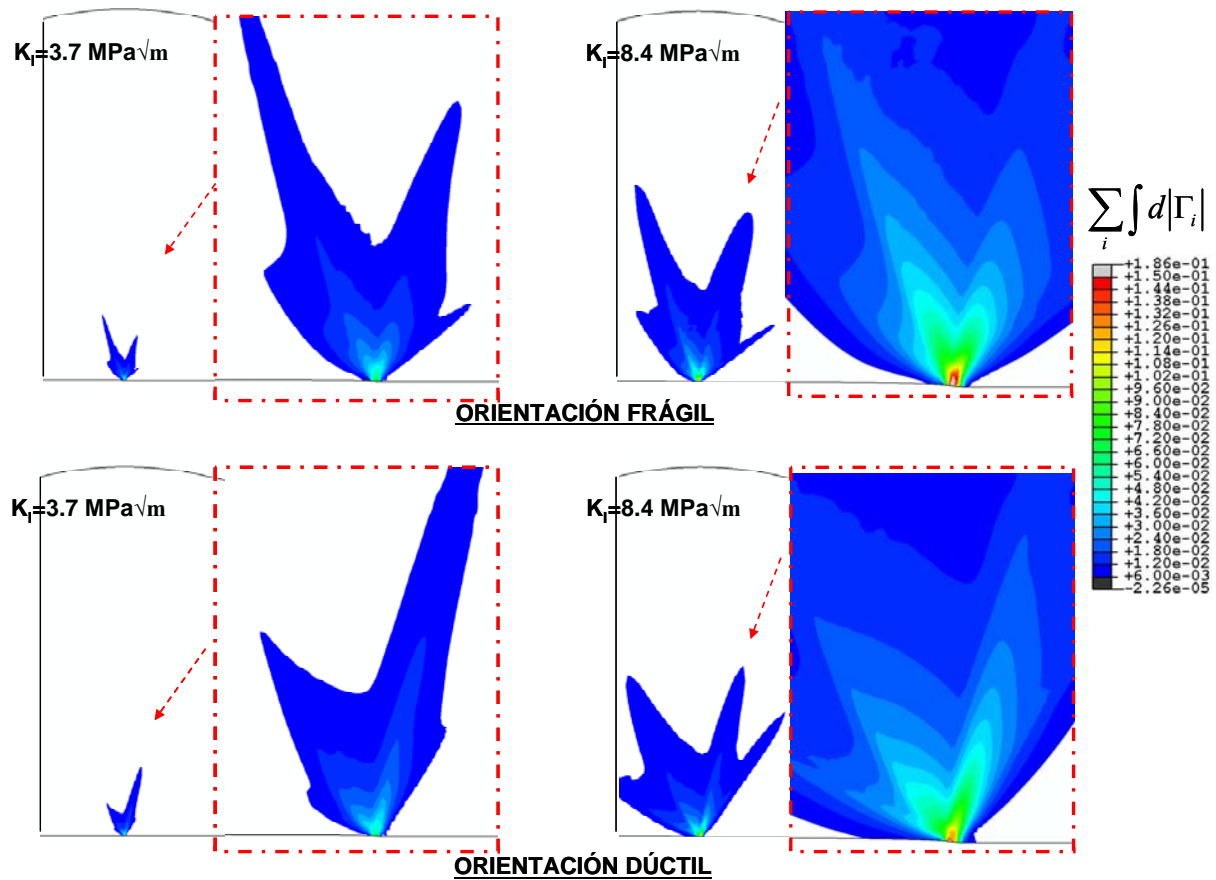


Figura 5. Mapa de contorno del deslizamiento cristalográfico acumulado de los doce sistemas para las dos orientaciones. Se han considerado dos situaciones de carga, $K_I = 3.7 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ y $K_I = 8.4 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$.

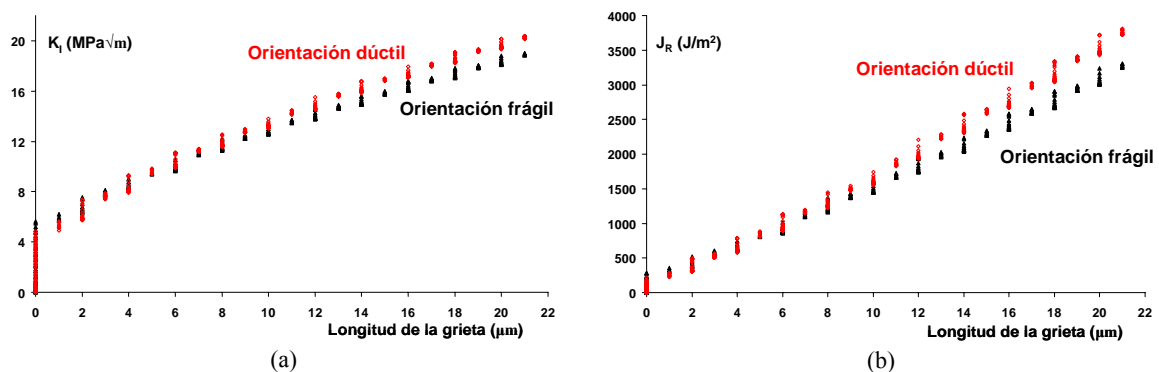


Figura 6. Curvas R para ambas orientaciones.

4. CONCLUSIONES

Las simulaciones desarrolladas con los modelos de plasticidad cristalina con endurecimiento por gradiente de deformación y de fractura cohesiva, muestran resultados referidos a la deformación en la punta de la

grieta y a la forma de la zona plástica alrededor de la misma distintos para los dos sentido de avance de la grieta.

En cuanto a la resistencia a la propagación de la grieta, si bien inicialmente no hay diferencia entre ambos casos, a medida que la grieta propaga, se desarrolla una

resistencia ligeramente superior en uno de los dos sentidos de avance, en consonancia con los resultados numéricos referidos en la bibliografía.

AGRADECIMIENTOS

Los autores agradecen al Ministerio de Educación y Ciencia español (proyecto MAT2003-04314) y al Departamento de Industria, Comercio y Turismo del Gobierno Vasco (proyecto Saiotek UET 121006) la financiación recibida para la realización de este trabajo. Uno de los autores, DG, quiere agradecer asimismo a la Fundación de Centros Tecnológicos – Iñaki Goenaga la beca concedida para realizar su tesis doctoral. Especialmente valiosas han sido también las discusiones con el Dr. J. Segurado (ETSICCP, UPM, Madrid) sobre la implementación numérica de los modelos cohesivos.

REFERENCIAS

- [1] Wang, J.S., Anderson, P.M., 1991, *Fracture behaviour of embrittled FCC metal bicrystals*, Acta Metallurgica et Materialia, 39, 779-792.
- [2] Tang, H., Acharya, A., Saigal, S., 2005, *Direccional dependence of crack growth along the interface of a bicrystal with symmetric tilt boundary in the presence of gradient effects*, Mechanics of Materials, 37, 593-606.
- [3] Luque, A., Aldazabal, J., Martínez Esnaola, J.M., Gil Sevillano, J., 2006, *Crecimiento de grietas en una junta de flexión simétrica de un bicristal de cobre*, Anales de Mecánica de la Fractura, 23, 121-126.
- [4] Luque, A., Aldazabal, J., Martínez Esnaola, J.M., Gil Sevillano, J., 2007, *Molecular dynamics simulation of crack tip blunting in opposing directions along a symmetrical tilt grain boundary of copper bicrystal*, Fatigue and Fracture of Engineering Materials and Structures, 30, 1008-1015.
- [5] Saeedvafa, M., 1992, *Orientation dependence of fracture in copper bicrystals with symmetric tilt boundaries*, Mechanics of Materials, 13, 295-311.
- [6] Gil Sevillano, J., González, D., Martínez-Esnaola, J.M., *Heterogeneous Deformation and Internal Stresses Developed in BCC Wires by Axisymmetric elongation*, Materials Science Forum, 550, 75-84.

SOBRE LA ESTIMACIÓN DE LA VIDA A FATIGA EN ENTALLAS DIFERENCIANDO LAS ETAPAS DE INICIACIÓN Y PROPAGACIÓN DE GRIETAS

Jesús Vázquez Valeo, Carlos Navarro Pintado, Jaime Domínguez Abascal

Departamento de Ingeniería Mecánica y de los Materiales (Universidad de Sevilla),
Avda. De Los Descubrimientos, s/n,
41092 Sevilla. España
E-mail: jesusvaleo@esi.us.es

RESUMEN

En las tres últimas décadas se han desarrollado varios modelos para predecir la vida de componentes sometidos a fatiga. Estos modelos se basan en considerar que el proceso de fatiga como una combinación de las fases de iniciación y propagación de grietas, algunos considerando únicamente una de las fases y otros considerando ambas. La idea de este artículo, es hacer un análisis comparativo de tres de estos métodos, para ello se verán las predicciones que cada uno de los modelos realizan sobre componentes entallados sometidos a ensayos, las ventajas e inconvenientes de cada uno y por último la posibilidad que ofrece cada uno de los modelos de aplicarlos a geometrías más reales.

ABSTRACT

In the last three decades a great variety of models have been developed to predict the life of components subjected to fatigue. These models are based in the concepts of initiation and propagation of cracks, some of these only consider one of the process and others both. The idea of this article is to make a comparative analysis with three of these models, for it, the predictions provided of all the models in a notched component, the advantages and disadvantages of each of the models, and lastly the possibility to apply in more realistic geometries will be analyzed.

PALABRAS CLAVE: Fatiga en entallas, predicción de vida, iniciación, propagación.

1. INTRODUCCIÓN

La fatiga es un problema bastante común en estructuras sometidas a cargas cíclicas. Como consecuencia de ello, se ha desarrollado una variedad de modelos para predecir el fallo por fatiga de componentes metálicos.

Uno de los puntos más frecuentes de iniciación de grietas en fatiga son las entallas. Por lo que una gran cantidad de los modelos existentes han sido inicialmente desarrollados para este tipo de geometrías, aunque posteriormente han sido aplicados a otras diferentes.

Hay muchos autores que modelan el proceso de fatiga como la suma de un proceso de iniciación seguido de otro de propagación. La predicción de vida la realizan sumando los números de ciclos dedicados a iniciación N_i y a propagación, N_p . Entre estos cabe citar las propuestas de Socie et al. [1] y de McClung et al. [2]. La primera determina la longitud de grieta, a_i , a la que se inicia la propagación (longitud de iniciación) a partir del análisis de las fases de iniciación y propagación. La segunda puede considerarse una clásica de unión entre iniciación y propagación en la que debe definirse previamente a_i . Ambos métodos, en relación a la iniciación, se basan en la curva ϵ -N, ya sea directamente o mediante algún parámetro que dependa de esta, por ejemplo, el de Smith-Watson-Topper

(SWT) [3].

Otra posibilidad para estimar la vida como combinación de iniciación y propagación es hacer una extensión de los modelos de daño para estimar el crecimiento de grietas. Estos modelos consideran la propagación de una grieta tanto corta como larga, como un proceso sucesivo de daño [4]. Si este modelo se combina con un modelo de iniciación basado en los mismos supuestos, se puede estimar la vida completa. Este modelo al permitir simular el crecimiento de grietas pequeñas a partir de la iniciación, permite considerar la iniciación como el tiempo necesario para obtener una grieta mucho menor que las normalmente consideradas en estos casos. Posteriormente continua con el mismo modelo para el análisis de crecimiento de grietas largas o aplicando directamente modelos tipo Paris. El criterio de daño empleado se basa en la energía de deformación producida en el borde de una entalla o grieta como criterio para estimar la iniciación o la velocidad de crecimiento.

2. MODELO DE SOCIE, MORROW Y CHEN

Este modelo combina la iniciación y la propagación. La distinción entre las dos fases se realiza en función de las condiciones en que se desarrolla una y otra fase, como se verá a continuación.

El modelo considera que en cada punto próximo a la entalla, el número de ciclos necesarios para se inicie la grieta se puede determinar mediante la ley de Manson-Coffin.

Para calcular el número de ciclos de iniciación en función de la distancia al borde de entalla es necesario obtener dos curvas (figura 1). Primeramente una que defina las tensiones y deformaciones a los que se encuentra sometido el material en función de la distancia al borde de la entalla. En segundo lugar, otra curva que indique en función de las tensiones y deformaciones el número de ciclos que es necesario para que se inicie una grieta. Como combinación de estas dos curvas se obtiene otra tercera que indica el número de ciclos necesarios para que se inicie una grieta a cada profundidad x . O lo que es lo mismo, para que crezca una grieta iniciada a longitud x

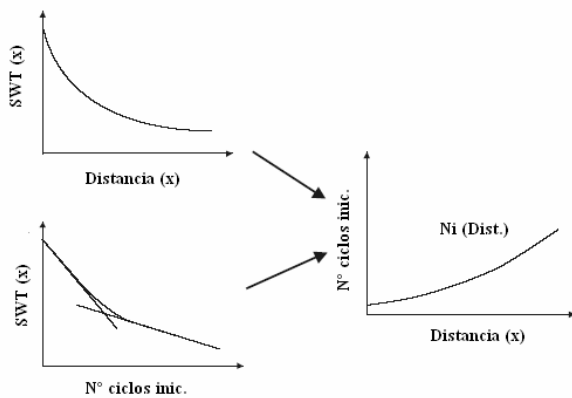


Fig. 1. Obtención de curva de iniciación.

En este caso para cuantificar el daño que se produce en función de la distancia a la entalla se ha utilizado el parámetro SWT:

$$SWT = \sigma_{max} \frac{\Delta \varepsilon}{2} \quad (1)$$

Este parámetro se puede relacionar con el número de ciclos de iniciación N_i mediante la curva ε - N , tal y como se indica,

$$SWT = \frac{(\sigma_f')^2}{E} (2N_i)^{2b'} + \sigma_f' \varepsilon_f' (2N_i)^{b'+c'} \quad (2)$$

El esquema para el calcular el número de ciclos que una grieta iniciada de longitud x tarda en propagarse hasta la fractura, es el mostrado en la figura 2.

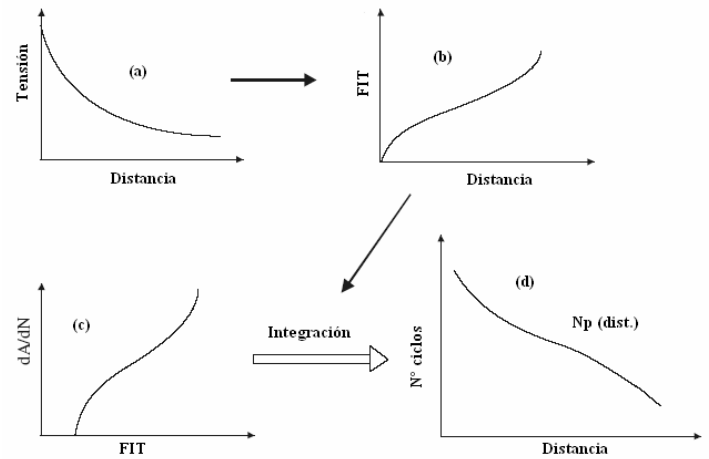


Fig. 2. Obtención de curva de propagación.

Como se observa en el esquema, en primer lugar, con la distribución de tensiones a lo largo de la línea en la que se desarrollará la grieta (a) se puede conocer el factor de intensidad de tensiones (FIT) para cada longitud de grieta (b). Mediante la integración de funciones de peso, y suponiendo que la grieta se propaga en dirección perpendicular a la superficie, mediante el método de Bueckner [5] se tiene,

$$K_I = \sqrt{\frac{2}{\pi}} \int_l w(s) \sigma(s) ds \quad (3)$$

A su vez el FIT se puede relacionar con la velocidad de propagación (c) con la ley de Paris [6],

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

Donde ΔK es la variación del FIT a lo largo de un ciclo. Mediante integración de la relación de velocidad de crecimiento desde una longitud inicial l_i hasta una longitud final l_f y la relación del FIT con la longitud de grieta, se obtiene una curva (d) que nos relaciona el número de ciclos necesarios para que una grieta de longitud l se propague hasta una longitud final l_f .

Una vez obtenidas las curvas de iniciación hasta una distancia x y de propagación desde esta distancia hasta la fractura final, éstas se pueden sumar. Dicha suma representa en función de la distancia x al borde de entalla el número de ciclos necesarios para que una grieta se forme a esa distancia y se propague hasta la longitud final l_f .

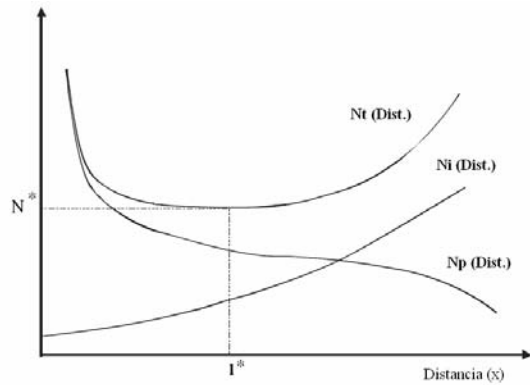


Fig.3. Curvas de iniciación, propagación y total.

La distancia desde el borde de la entalla que produce un menor número de ciclos totales será la longitud de iniciación l^* , y el número de ciclos correspondientes N^* , la vida del componente entallado.

3. MODELO DE McCLUNG

El modelo de McClung también contempla dos fases, una de iniciación y otra de propagación, pero la forma de aplicar los conceptos es algo diferente del modelo de Socie. Primero el modelo calcula el número de ciclos necesarios para iniciar grietas de pequeño tamaño en un espécimen liso. Para hallar ese número de ciclos, inicialmente calcula la vida total del espécimen liso mediante la curva ϵ -N (fig. 5). Luego calcula el número de ciclos de propagación desde cada longitud de grieta x , hasta una longitud en la que se considera que el espécimen liso ha fallado, restando ambas curvas se obtiene las curvas de iniciación para cada longitud de grieta.

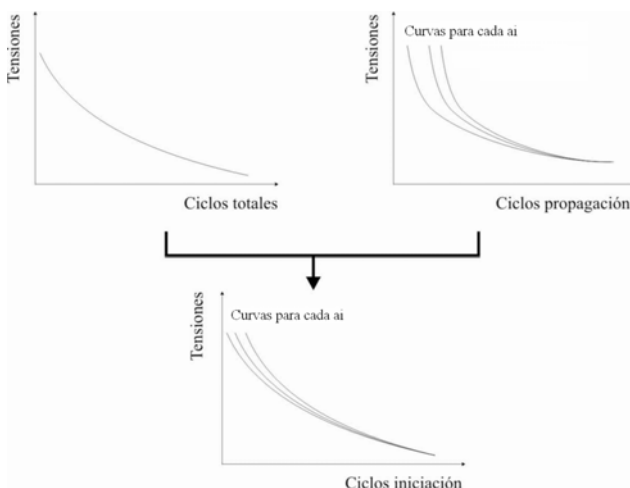


fig. 5. Esquema del modelo de McClung.

Hecho esto, la forma de calcular la vida del espécimen entallado sería como se indica a continuación;

1. Se calcula el estado tensional en puntos que se encuentran de la punta de la entalla a distancias iguales a las longitudes de grieta supuestas de iniciación para calcular el número de ciclos de iniciación del espécimen liso.

2. Con estos valores de tensiones se va a la curva de iniciación correspondiente para cada longitud de iniciación y se ve cual es el número de ciclos de iniciación para cada uno de los puntos anteriores en el componente entallado.

3. Una vez obtenidos los ciclos de iniciación, se calcula los ciclos de propagación necesarios para llevar la grieta desde cada longitud de iniciación hasta la longitud de rotura del componente entallado.

4. La suma de las dos vidas para cada longitud de iniciación será la vida total del espécimen, por lo que habrá tantas curvas como longitudes de iniciación.

5. Mediante comparación con los datos experimentales se toma la longitud de iniciación que mejor se ajuste a los estos datos.

Un caso particular de este método puede considerarse la propuesta de Lazzarin et al [7], que define como longitud de iniciación el valor a_0 definido mediante le expresión propuesta por El Haddad et al [8]

4. MODELO DE GLINKA

El modelo se basa en dos conceptos; el primero es suponer que la energía de deformación que existe en las cercanías del borde de una grieta, no difiere de las que se obtendrían mediante un modelo elástico [9], y la segunda es suponer que el proceso de avance de una grieta se debe al daño de sucesivos bloques de material de una determinada longitud ρ^* . Para el cálculo de las tensiones en el borde de la grieta considera que esta es roma en el borde, y con radio igual a ρ^* . Con esta geometría determina las tensiones en el borde mediante el modelo propuesto por Creager y Paris [10] tal y como se muestra en la figura 4.

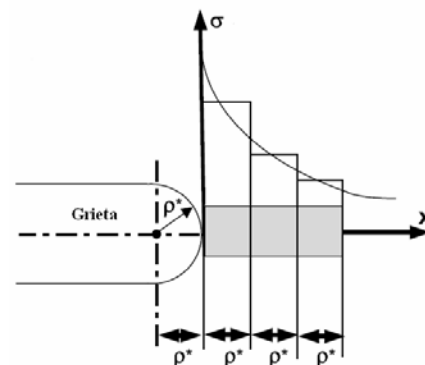


Fig. 4. Estructura del material y forma de la punta de grieta.

Para el cálculo del daño en cada uno de los elementos, las tensiones en estos se toman como promedio de las existentes en la zona ocupada por cada elemento.

El modelo implica tomar un tamaño adecuado de estos elementos, que se define como [4]

$$\rho^* = \left\{ \frac{C}{2} \left[\frac{(\psi_{y,1})^2}{4\pi(\sigma_f')^2} \right]^{1/2b'} \right\}^{2b'/(2b'+1)} \quad (5)$$

Donde $\psi_{y,1}=1.633$, y C es el coeficiente de la ley de Paris, y σ_f' y b' se definen en la ecuación 2.

A partir de las consideraciones anteriores, empleando la curva ε - N del material, el modelo propone que el número de ciclos necesarios para romper el bloque i es,

$$N_i = \frac{\phi}{2} \left[\frac{\psi_{y,1}^2 (n'+1) \Delta K_{eff}^2}{16\pi E K'} \frac{1}{\rho^*} \right]^{\frac{1}{c'(n'+1)}} \left[\frac{1}{\varepsilon_f'} \right]^{\frac{1}{c'}} \quad (6)$$

Donde ϕ es un parámetro que depende del material mediante la curva ε - N y la ecuación de Ramberg-Osgood, cuya expresión es

$$\varepsilon = \frac{\sigma}{E} + \left(\frac{\sigma}{K} \right)^n \quad (7)$$

Donde n' y K' son las constantes de la ecuación cíclica de Ramberg-Osgood, y ΔK_{eff} es el rango del FIT efectivo cuando el borde de grieta se encuentra en el bloque i .

Mediante la ecuación (6) se obtiene en número necesario de ciclos para propagar una grieta a partir del segundo elemento, ya que no es válida para el elemento 1, pues en este caso ΔK_{eff} es cero. Sin embargo para obtener el número de ciclos totales del componente entallado, se debe de calcular la vida del primer elemento, que es aquel que se encuentra en el borde de la entalla. Para ello de nuevo se puede aplicar algún tipo de parámetro como puede ser el SWT para estimar la vida de ese primer elemento

5. APLICACIÓN PRÁCTICA A LOS MODELOS

5.1 Geometrías y propiedades en el material bajo estudio.

Como aplicación práctica de estos tres modelos se han realizado predicciones de vida para dos componentes entallados de los que se dispone de resultados experimentales para diferentes niveles de carga [11]. Ambos componentes son placas que tienen un agujero en el centro de esta (uno con forma circular y otro con forma elíptica) tal y como se muestran en la figura 6, y que están sometidas a esfuerzos cíclicos axiales con una $R=0.1$. El material de las placas es Al 7075-T651, y las propiedades del material se resumen en la tabla 1.

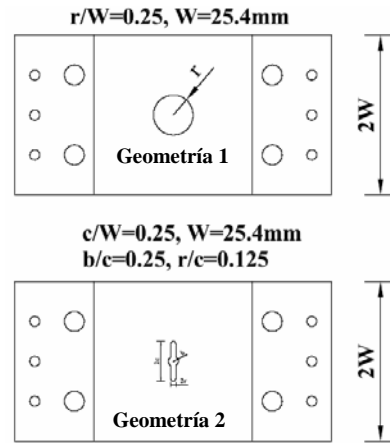


fig. 6 Geometrías de las probetas ensayadas.

Tabla 1. Propiedades mecánicas 7075-T651

Límite elástico	σ_y	537 MPa
Módulo de Young	E	69.64 GPa
Coeficiente de Poisson	ν	0.3
Coeficiente de resistencia a fatiga	σ_f'	537 MPa
Coeficiente de ductilidad a fatiga	ε_f'	69.64 GPa
Exponente de resistencia a fatiga	b'	-0.149
Exponente de ductilidad a fatiga	c'	-0.83
Coeficiente de resistencia cíclica	K'	694 MPa
Exponente de endurecimiento cíclico	n'	0.04
Coeficiente ley Paris ($R=0.1$)	C	$1.18 \cdot 10^{-8}$
Exponente ley Paris ($R=0.1$)	m	2.94

5.2 Predicciones sobre los componentes entallados

5.2.1 Modelo de Socie, Morrow y Chen

Las predicciones que produce este modelo sobre ambos componentes se ven en las figuras 7 y 8

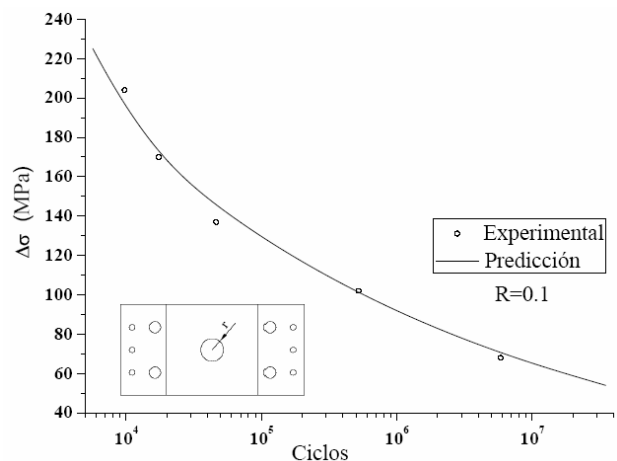


fig. 7 Predicción para la geometría 1.

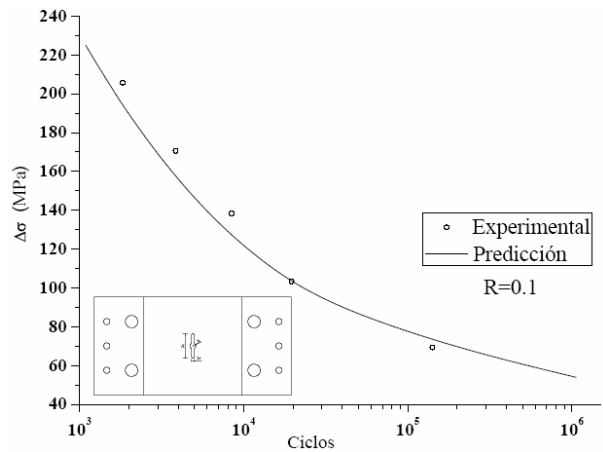


fig. 8 Predicción para la geometría 2.

Comparando los resultados experimentales con las predicciones obtenidas se observa que el máximo error cometido en la estimación de la vida es de un 49%, y que este se produce en la primera geometría para una carga de 137 MPa. El cálculo del error se ha efectuado de la siguiente forma,

$$error (\%) = \frac{N_{experimental} - N_{estimada}}{N_{experimental}} \cdot 100$$

En la tabla 5 se resumen los resultados obtenidos,

Tabla 5. Resultados en el modelo de Socie

Carga (MPa)	Geometría 1			Geometría 2		
	Exp.	Pred.	Error (%)	Exp.	Pred.	Error (%)
68	5842984	6962375	19.16	141192	193271	36.86
102	521785	490586	5.98	19562	19437	0.63
137	46193	68887	49.13	8459	6186	26.87
170	17445	18916	8.43	3851	2900	24.7
204	9726	8407	13.56	1834	1500	18.22

5.2.2 Modelo de McClung

Las predicciones para cada geometría y para cada longitud de iniciación se muestran en las figuras 9 y 10.

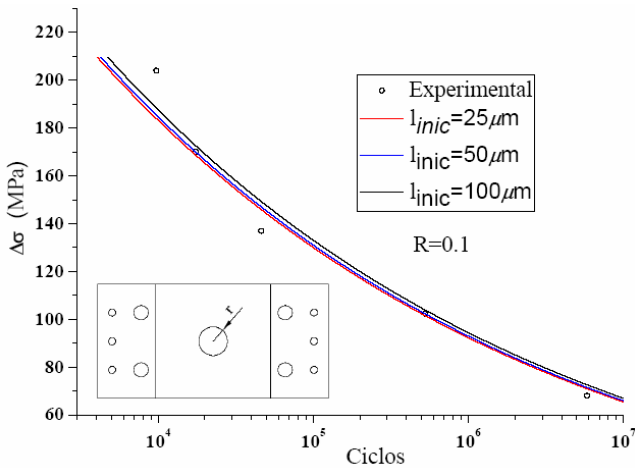


fig. 9 Predicción para la geometría 1

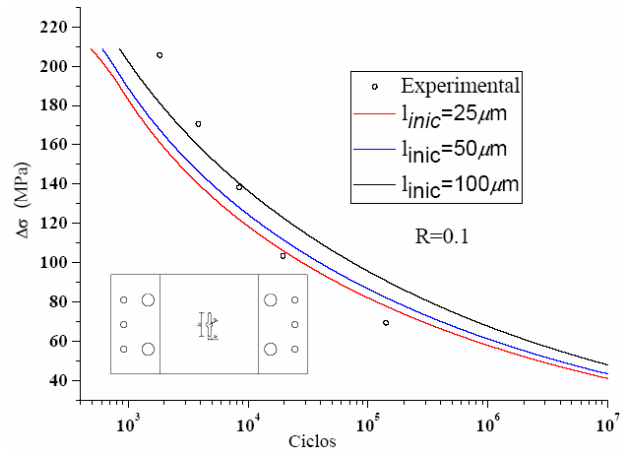


fig. 10 Predicción para la geometría 2

Si se considera la longitud de iniciación que mejor se ajusta, como aquella longitud cuya curva produce un error medio menor sobre todos los datos experimentales, vemos que para la geometría primera esta longitud es la de 25 μm, obteniéndose un valor promedio del error del 29% y un máximo del 52% para la estimación en la vida para una carga de 137 MPa. En cuanto a la segunda geometría los mejores resultados se encuentran nuevamente para una longitud de iniciación de 25 μm, donde el error promedio es de un 63%, con un máximo del 112% para la carga de 69.4 MPa. Los resultados se resumen en las tablas 6.

Tabla 6. Resultados en el modelo de McClung

Carga (MPa)	Geometría 1			
	Exp.	25 μm	50 μm	100 μm
68	5842984	7770324	8185096	9070296
102	521785	511071	538391	596657
137	46193	70518	74294	82346
170	17445	16546	17435	19239
204	9726	4856	5118	5678
Error medio (%)		28.58	30.31	40.05

Carga (MPa)	Geometría 2			
	Exp.	25 μm	50 μm	100 μm
68	141192	298637	430224	838679
102	19562	22922	31874	59803
137	8459	4116	5349	9247
170	3851	1388	1672	2594
204	1834	544	663	918
Error medio (%)		62.87	84.97	158.32

5.2.3 Modelo de Glinka

Para el modelo de Glinka los resultados de las predicciones se muestran en las figuras 11 y 12,

En este caso el máximo error se obtiene de nuevo en la primera geometría para una carga de 137 MPa. El error es de un 55%. Estos resultados se ven en la tabla 7.

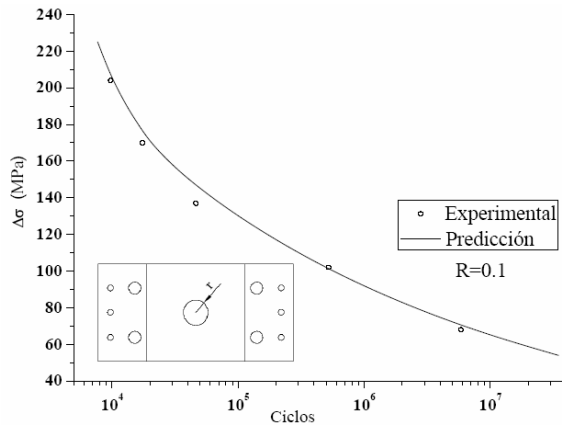


fig. 11 Predicción para la geometría 1

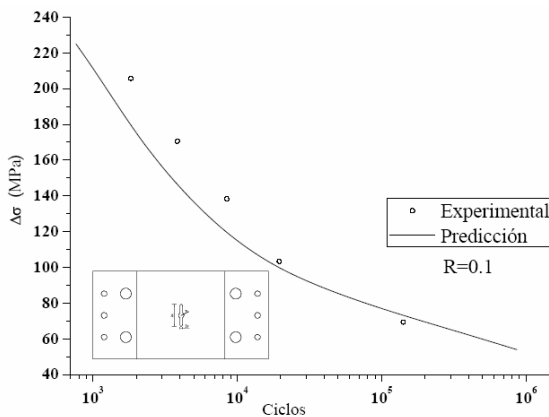


fig. 12 Predicción para la geometría 2

Tabla 7. Resultados en el modelo de Glinka

Carga (MPa)	Geometría 1			Geometría 2		
	Exp.	Pred.	Error (%)	Exp.	Pred.	Error (%)
68	5842984	6912628	18.31	141192	171056	21.15
102	521785	491306	5.84	19562	13530	30.84
137	46193	71626	55.06	8459	4746	43.89
170	17445	20373	16.78	3851	2202	42.82
204	9726	10227	5.15	1834	1120	38.93

6. CONCLUSIONES

Como se puede ver los tres métodos dan unas predicciones razonables si se comparan con los resultados experimentales de que se disponen, aunque de todos ellos el que mejores resultados ofrece en promedio para ambas geometría es el de Socie.

El modelo de Glinka, da unos resultados bastantes buenos para la geometría con entalla circular. Sin embargo no ocurre lo mismo para la geometría de entalla elíptica cuando se le aplican cargas altas, esto se puede deber a que la suposición que se hace en la energía de deformación en el entorno de la entalla, no es válida cuando se tienen entallas bastante pronunciadas, ya que es posible que en estos casos la energía de deformación no se pueda tomar como la que obtendríamos si consideráramos un modelo elástico.

En lo que respecta al modelo de McClung, de las tres longitudes de iniciación tomadas, se comentó que la que mejor se adapta a los resultados experimentales es la de 25 micras en ambas geometrías. Cabe mencionar que esta longitud es aproximadamente la mitad del tamaño medio de los granos para el caso de AL 7075-T651.

REFERENCIAS

- [1] D.F. Socie, J. Morrow and W.-C. Chen, "A procedure for Estimating the Total Fatigue Life of Notched and Cracked Members", Engineering Fracture Mechanics. 1979, Vol. 11, pp. 851-859.
- [2] R.C. McClung, W.L. Francis, S.J. Hudak Jr. "A new approach to fatigue life prediction based on nucleation and growth", 9th International Fatigue Congress, Atlanta, mayo 2006.
- [3] K.N. Smith, P. Watson, and T.H. Topper, "A Stress-Strain Function for the fatigue of Metals", Journal of Materials, 1970, Vol. 5, pp. 767-778.
- [4] A.H. Noroozi, G. Glinka, S. Lambert, "A two parameter driving force for fatigue crack growth analysis", Int. J. of Fatigue, 2005, Vol. 27, pp. 1277-1296
- [5] H.J. Bueckner, In: G.C. Sih, editor, "Methods of analysis and solutions of crack problems", Leyden: Noordhoff International P., 1973, pp. 306-307.
- [6] P. C. Paris, "The fracture mechanics approach to fatigue", Proc. 10th Sanamore Conf. Syracuse University Press.
- [7] B. Lazzarin, R. Tovo, G. Meneghetti, Fatigue crack initiation and propagation phases near notches in metals with low notch sensitivity, Int. J. Fatigue, 1997, Vol. 19, 647-665.
- [8] M.H. El Haddad, T.H. Topper y K.N. Smith, Prediction of non-propagating cracks, Engineering Fracture Mechanics, 1979, Vol. 11, 573-584
- [9] K. Molski, G. Glinka, "A Method of Elastic-Plastic Stress and Strain Calculation at a Notch Root", 1981 Materials Science and Engineering, Vol. 50, pp. 93 - 100.
- [10] M. Creager, P.C. Paris, "Elastic field equations for blunt cracks with reference to stress corrosion cracking", 1967, Int. J. Fract. Mech., Vol. 3, pp. 247-252.
- [11] W.-C. Chen, "A Model for Joining the Fatigue Crack Initiation and Propagation Analysis", 1979, Phd. Thesis, Univ. of Illinois at Urbana-Champaign.

INFLUENCIA DE LA LONGITUD DE INICIACIÓN EN LAS PREDICCIONES DE VIDA A FATIGA POR FRETTING

C. Navarro, S. Muñoz, J. Domínguez

Departamento de Ingeniería Mecánica y de los Materiales, Escuela Superior de Ingenieros,
Universidad de Sevilla, Camino de los Descubrimientos s/n,
41092 Sevilla, España.
E-mail: cnp@us.es

RESUMEN

En fatiga se suelen distinguir dos fases en el proceso de desarrollo de una grieta: iniciación y propagación. Para la determinación de la vida a fatiga de un elemento existen numerosos modelos que combinan ambas fases, determinando la vida total como la suma de los números de ciclos ocupados en iniciación, N_i , y en propagación, N_p . Para la aplicación de estos modelos es necesario definir la longitud de la grieta en el instante en que se considera que termina la iniciación y comienza la propagación: longitud de iniciación, a_i . Generalmente esta longitud se suele definir a priori, ya sea en función del tamaño de grieta más pequeño detectable, de cómo esté definida la curva S-N, escogiendo la longitud de iniciación que mejor ajuste los resultados experimentales, etc. El objetivo de este artículo es analizar la influencia de dicha longitud de iniciación sobre la vida a fatiga estimada. Para definir el número de ciclos necesario para iniciar una grieta de longitud a_i , el modelo utilizado emplea una curva S-N_i obtenida a partir de una curva S-N a la que se le resta el número de ciclos de propagación desde la longitud de iniciación definida. Este modelo se aplica a un conjunto de resultados experimentales de fatiga por fretting obtenidos con contacto esférico.

ABSTRACT

Two different phases are usually distinguished in the crack growth process: initiation and propagation. Numerous models for the determination of fatigue life exist that combine both phases, determining total life as the sum of the number of cycles spent in initiation, N_i , and propagation, N_p . In order to apply these models it is necessary to define the crack length where it is considered that initiation finishes and propagation begins: the initiation length, a_i . This length is usually defined a priori as a function of the size of the smallest detectable crack, how the S-N curve is defined, choosing the value that better fits the experimental results, etc. The objective of this paper is to analyze the influence of such initiation length over the estimated fatigue life. The model used calculates the initiation phase from an S-N curve where the propagation cycles from the defined initiation length have been subtracted. This model is applied to a group of fretting fatigue tests with spherical contact.

PALABRAS CLAVE: Fatiga por fretting, Predicción de vida.

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.

En el proceso de fatiga se suelen distinguir dos fases: iniciación de la grieta y propagación de la misma. La importancia de una fase frente a otra depende de muchos factores. Para la predicción de la vida a fatiga, en algunas situaciones se puede despreciar una de ellas, mientras que en otras no. La principal dificultad de

combinar ambas fases es decidir dónde termina una y empieza la otra, es decir, qué longitud a_i , se considera que tiene la grieta al iniciar la fase de propagación. En los modelos que combinan ambas fases, esta separación, longitud de iniciación, a_i , se suele definir a priori en función de cuál sea el tamaño de grieta más pequeño detectable, de cómo esté definida la curva S-N, escogiendo la longitud de iniciación que mejor ajuste los resultados experimentales, etc. Además, hay diversas formas de modelar la fase de iniciación en cuanto a dónde y cómo evaluar las tensiones. El objetivo de este artículo es analizar la influencia de dicha longitud de iniciación sobre la vida a fatiga estimada. Para definir el número de ciclos, N_i , necesario para iniciar una grieta de longitud a_i , el modelo utilizado emplea una curva S-N_i obtenida a partir de una curva S-N a la que se le resta el número de ciclos de propagación desde la longitud de iniciación definida.

Este modelo se aplica a un conjunto de resultados experimentales de fatiga por fretting obtenidos con contacto esférico.

2. ENSAYOS

El esquema de los ensayos modelados se muestra en la figura 1. Inicialmente, sobre los elementos de contacto, se aplica una fuerza normal, constante, N . Posteriormente se aplica la fuerza axial variable, P , sobre la probeta, que provoca una tensión axial nominal, σ . La rigidez, K , del soporte de los elementos de contacto hace que aparezca como resultado una fuerza tangencial, Q , también variable.

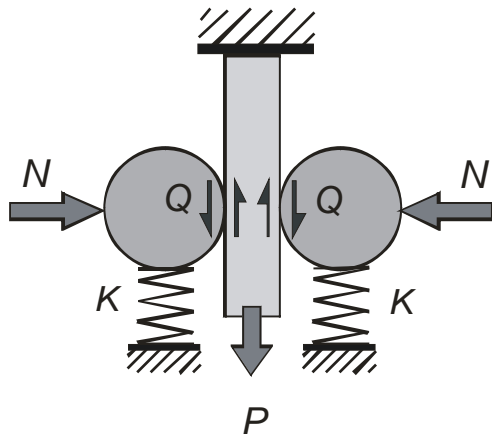


Figura 1. Esquema del montaje de un ensayo de fretting.

Los ensayos analizados fueron realizados sobre la aleación de aluminio 7075 T651 donde el contacto se producía entre una esfera de radio $R=100$ mm y una superficie plana. Los ensayos se pueden dividir en dos grupos. El primero son 19 ensayos que terminaron con la fractura de la probeta [2]. En el segundo grupo, para cada combinación de fuerzas aplicadas se realizaron 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. Las probetas resultantes de estos ensayos se analizaron posteriormente con el objetivo de determinar el tamaño de las posibles grietas existentes en la misma [3].

3. MODELO

El modelo utilizado para la predicción de vida está basado en otro propuesto por los autores [4] y tiene la característica de que combina las fases de iniciación y de propagación. Consiste en primer lugar en definir una longitud de iniciación, es decir, fijar dónde termina la iniciación y comienza la propagación y analizar cada una por separado.

Para la fase de propagación se emplea la mecánica de la fractura tomando como longitud inicial la longitud de

iniciación definida, a_i . La ley de crecimiento utilizada trata de modelar el crecimiento de grietas pequeñas dado que la longitud de iniciación definida puede ser del orden de micras. La forma de hacerlo es introduciendo un umbral de crecimiento modificado en función de la longitud de grieta [2]:

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

En la ecuación (1) $\Delta K_{th\infty}$ es el umbral de crecimiento de grieta larga, f es un parámetro que de forma general se toma igual a 2.5 [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

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

donde $\Delta \sigma_{FL}$ es el límite de fatiga. El factor que multiplica al umbral de crecimiento de grieta larga en la ecuación (1) proviene de la aproximación teórica al diagrama de Kitagawa-Takahashi, en el que se representa la tensión umbral en función de la longitud de grieta. Se han ensayado otras formas de tener en cuenta el crecimiento de grietas pequeñas [2,3], siendo la mostrada en la ecuación (1) la que mejor se ajusta a los resultados experimentales de fatiga por fretting.

El modelo presentado en este artículo analiza la fase de iniciación basándose en el trabajo de McClung et al. [6] para entallas. El primer paso consiste en la obtención de una curva de fatiga, $S - N|_{a_i}$, en probetas lisas y sin fretting que proporcione el número de ciclos necesario para generar una grieta de longitud a_i . Para cada nivel de tensiones, S_j , el número de ciclos de esta curva, N_{S_j, a_i} , se obtiene a partir de la ecuación:

$$N_{S_j, a_i} = N_{JS_j} - N_p(a_i) = N_{JS_j} - \int_{a_i}^{a_f} \frac{da}{C \Delta K^n} \quad (3)$$

Donde N_{JS_j} es el número de ciclos hasta el fallo obtenido en un ensayo de fatiga simple con tensión S_j , a_i es la longitud de iniciación y a_f es la longitud a la que se produce la fractura.

Estas curvas, a las que se hará referencia como curvas de iniciación, se presentan en la figura 2 para cuatro casos distintos: fractura total, generación de una grieta de 100, 50 y 10 micras. Evidentemente, cuando disminuye el nivel de tensiones aumenta la fracción de vida dedicada a la iniciación.

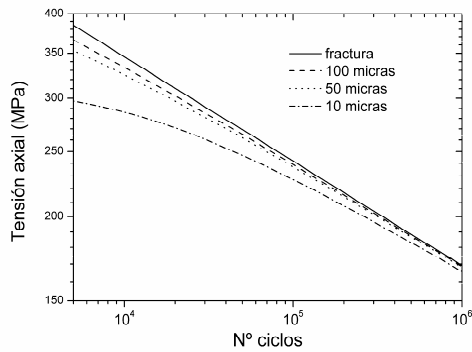


Figura 2. Curvas $S-N$ de iniciación para la generación de distintas longitudes de grieta.

En el caso de que se estuviera aplicando el modelo a un ensayo de fatiga simple, una vez definida la longitud de iniciación, a_i , se calcularía el número de ciclos de iniciación introduciendo la tensión aplicada en la curva $S - N|_{a_i}$ anteriormente obtenida. Sumando la propagación calculada mediante la mecánica de la fractura se obtendría de nuevo el número de ciclos total. Esto es algo obvio en el caso de fatiga simple. En el caso de la fatiga por fretting se puede aplicar el mismo proceso aunque con algunas modificaciones y advertencias. En la fatiga por fretting existe un alto gradiente de tensiones cerca de la superficie, es decir, la tensión disminuye rápidamente con la profundidad, desde un máximo en la superficie. En función de dónde se evalúen las tensiones dentro de la zona de interés, es decir, la zona entre la superficie y una profundidad igual a la longitud de iniciación escogida, la vida de iniciación será una u otra. Las distintas alternativas que se proponen son:

- i) Evaluar las tensiones en la superficie. Con este nivel de tensiones, que es el máximo en dicha zona, la curva $S - N|_{a_i}$ proporcionará un número de ciclos de iniciación menor que el real puesto que la curva $S - N|_{a_i}$ está basada en una situación sin gradiente. Esto quiere decir que se obtendría una cota inferior del número de ciclos para la iniciación de una grieta de tamaño a_i en fatiga por fretting.
- ii) Evaluar las tensiones a una profundidad igual a la longitud de iniciación escogida, a_i . En este caso la curva $S - N|_{a_i}$ proporcionará un número de ciclos de iniciación mayor que el real. Es decir, se obtendría una cota superior del número de ciclos para la iniciación de una grieta de tamaño a_i en fatiga por fretting. Esta variante es la que utiliza McClung en su trabajo.
- iii) Evaluar las tensiones en un punto intermedio entre la superficie y la profundidad a_i o calcular la tensión media entre la superficie y dicha profundidad. Con esta opción se obtiene un número de ciclos de iniciación comprendido entre los valores obtenidos en los puntos i) y ii). En este caso se obtendrá un número de ciclos para la iniciación de una grieta de

tamaño a_i en fatiga por fretting más cercano al real y, en cualquier caso, siempre se puede acotar el orden de magnitud del error mediante i) y ii).

Independientemente de dónde se evalúen las tensiones, 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 [7].

Con este modelo de predicción de vida se puede plantear la pregunta de qué valor de longitud de iniciación es más correcto escoger y cómo influye la elección de dicha longitud en la estimación de la vida a fatiga y de la evolución de la grieta.

4. RESULTADOS

4.1. Predicción de la evolución de la grieta

Las figuras 3, 4 y 5 muestran la evolución predicha de la grieta con el modelo iii, utilizando la tensión media entre la superficie y a_i para calcular la iniciación, en los ensayos que fueron interrumpidos a distintos números de ciclos [3]. Los círculos blancos en dichas figuras representan los valores de las longitudes de grieta medidos experimentalmente en los distintos ensayos. En conjunto fueron tres grupos de ensayos, cada uno con un conjunto de fuerzas determinado. Estas estimaciones fueron realizadas utilizando distintas longitudes de iniciación, variando entre 5 y 200 micras.

En estas figuras se puede observar que la predicción de la evolución de la grieta es prácticamente idéntica para longitudes de iniciación menores de 100 micras. Además, el crecimiento de grieta estimado es muy similar al que se produce en la realidad. Por otro lado, utilizando una longitud de iniciación de 100 micras la vida estimada es similar aunque ya la evolución de la grieta no es la misma. Todo esto implica que, al menos en los casos analizados: i) el modelo utilizado predice correctamente tanto la vida como la evolución de la grieta; ii) el modelo es robusto frente a la elección de la longitud de iniciación dentro de un cierto rango y iii) el número de ciclos de iniciación hasta una determinada longitud de la grieta se puede estimar razonablemente bien a partir de la curva $S-N$ modificada. Esta última conclusión es importante porque la iniciación es más difícil de modelar y se plantea la cuestión de hasta dónde se puede considerar iniciación y dónde empieza la propagación. De esta forma se pueden modelar las dos fases de forma solapada y resulta menos determinante el fijar el límite entre una y otra.

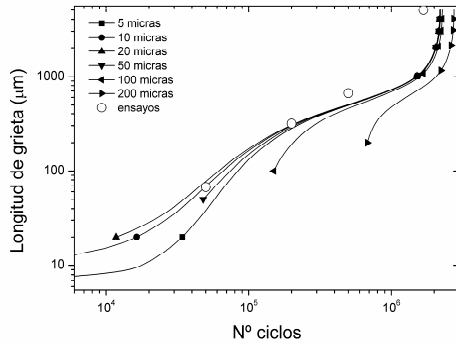


Figura 3. Evolución de la grieta en los ensayos con $\sigma = 45 \text{ MPa}$, $Q = 210 \text{ N}$ y $N = 420 \text{ N}$.

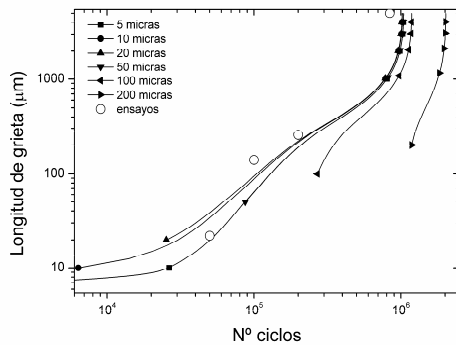


Figura 4. Evolución de la grieta en los ensayos con $\sigma = 60 \text{ MPa}$, $Q = 120 \text{ N}$ y $N = 240 \text{ N}$.

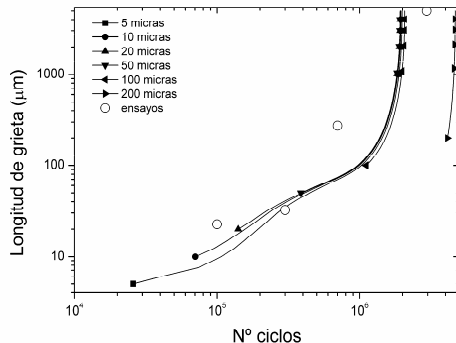


Figura 5. Evolución de la grieta en los ensayos con $\sigma = 82 \text{ MPa}$, $Q = 30 \text{ N}$ y $N = 60 \text{ N}$.

El número de ciclos de iniciación estimado para distintas longitudes de grieta con el modelo presentado se puede considerar como la evolución de la grieta predicha por la fase de iniciación, figuras 3 a 5. Esta evolución estimada se aproxima a los experimentos sólo hasta una profundidad de 100 micras. La explicación puede residir en la evolución de las tensiones cerca de la superficie. La figura 6 muestra la tensión máxima en la dirección de la aplicación de la carga P en función de la profundidad. Esta figura muestra el elevado gradiente de tensiones que existe y cómo para una profundidad de 100 micras las tensiones han llegado casi hasta su valor nominal. Por otro lado, un análisis más detallado de la figura muestra cómo en el ensayo con $Q = 30 \text{ N}$ las tensiones debidas al contacto son menores y el gradiente

es menor. Precisamente para este ensayo, la figura 5 muestra cómo la estimación de la evolución de la grieta depende menos de la longitud de iniciación elegida. A esto se añade que cuanto más alto es el gradiente de tensiones mayor puede ser el error cometido en la estimación de la vida de iniciación, tal como se comentó en el apartado 3. A falta de realizar análisis de este tipo en ensayos con otras características, se puede decir que la profundidad hasta la que se obtienen resultados aceptables en la estimación de la longitud de grieta a través de la fase de iniciación está relacionada con el mayor o menor gradiente y con la profundidad hasta donde alcanza la influencia de las tensiones del contacto.

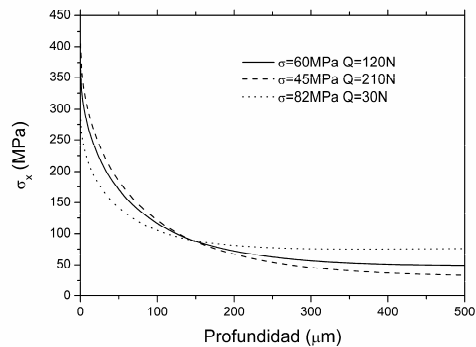


Figura 6. Tensión σ máxima en función de la profundidad.

4.2 Predicción de vida

Aplicando el modelo de predicción de vida al conjunto de 19 ensayos realizados con Al 7075 T651 y radio de las esfera 100 mm [2] se obtiene un resultado como el mostrado en la figura 7, donde se representan las vidas estimadas frente a las reales, tomando como longitudes de iniciación 5 y 140 micras. Al igual que en el apartado anterior, para estimar la vida de iniciación se utiliza la tensión media entre la superficie y a_i .

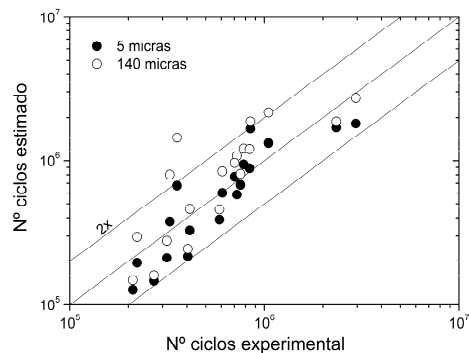


Figura 7. Vidas estimadas frente a experimentales con una longitud de iniciación de 5 y 140 micras.

Las vidas estimadas con una longitud de iniciación de 140 micras son más altas que con 5 micras. Para poder comparar mejor y de forma objetiva los resultados se van a definir dos parámetros estadísticos. Para cada

ensayo se calcula el cociente entre la vida estimada y la real:

$$c_i = \frac{N_{i\ est}}{N_{i\ exp}} \quad (4)$$

Idealmente, el valor de c_i debería ser la unidad pero el modelo nunca es perfecto y además siempre hay una dispersión de resultados en los ensayos de fatiga. En fatiga es usual representar los resultados en una escala logarítmica y usar una distribución logarítmico-normal para ajustar las vidas para un determinado nivel de tensiones. Por esta razón la media y desviación típica se calculan sobre los logaritmos de c_i . Finalmente, los parámetros que describen los resultados, y que serán los mostrados en adelante, son los antilogaritmos:

$$\hat{c} = 10^{\frac{1}{n} \sum_{i=1}^n \log c_i} \quad (5)$$

$$\sigma_c = 10^{\sqrt{\frac{1}{n-1} \sum_{i=1}^n (\log c_i - \log \hat{c})^2}} \quad (6)$$

Siguiendo esta metodología se ha analizado la influencia sobre la estimación de vida del valor de la longitud de iniciación escogida, figura 8. Además, en esta figura se ha incluido el resultado de estimar la vida despreciando la fase de iniciación y considerando exclusivamente la propagación desde las diferentes longitudes de iniciación definidas. En la figura 8 se puede comprobar que para longitudes de iniciación por debajo de 20 micras los resultados son prácticamente idénticos para los dos modelos de estimación de vida.

La figura 9 muestra la proporción media, entre todos los ensayos, de vida dedicada a iniciación, según el modelo iii para iniciación. Tal como se muestra en la figura, el valor medio de la fase de iniciación en los ensayos analizados para una longitud de iniciación de 20 micras está por debajo del 5%. Para longitudes mayores de 20 micras los dos modelos de predicción de vida divergen. La figura 8 muestra cómo las predicciones de vida utilizando el modelo que combina las fases de iniciación y propagación se mantienen dentro de un rango bastante razonable para longitudes de iniciación menores de 100 micras. Esto quiere decir que en los casos analizados, con este modelo, la elección del valor de la longitud de iniciación no es algo crítico en la aplicación del mismo dentro del rango de 0 a 100 micras. Por encima de este valor las predicciones se disparan. La razón se puede encontrar una vez más en la figura 6, donde se representa la evolución de las tensiones en tres casos distintos. El alto gradiente de las tensiones cerca de la superficie hace más difícil la caracterización del comportamiento de la grieta a través de una tensión media en dicha zona, como ya se comentó en el apartado 4.1, debido a que una pequeña variación de tensiones implica una gran variación en la vida a fatiga obtenida de la curva S-N. El que las vidas predichas sean excesivamente altas para longitudes de iniciación mayores de 100 micras es debido a la fase de iniciación

e inducen a pensar que se están minusvalorando las tensiones a la hora de estimar la vida de iniciación.

En cambio, si sólo se tiene en cuenta la propagación desde la longitud de iniciación elegida el error siempre aumenta cuando se incrementa el valor de la longitud de iniciación.

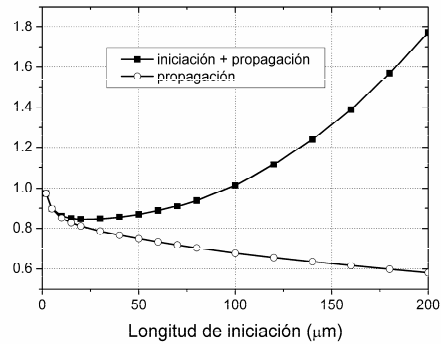


Figura 8. Parámetro de estimación de vida, \hat{c} , en función de la longitud de iniciación con dos modelos de predicción.

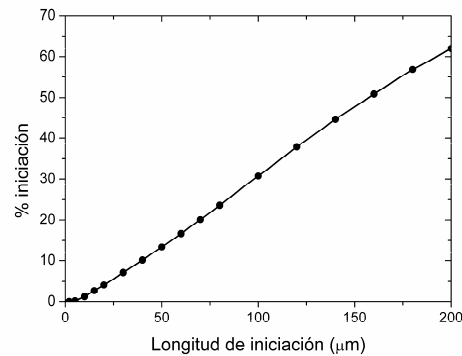


Figura 9. Proporción de vida empleada en iniciación en función de la longitud de iniciación escogida.

La dispersión de los resultados, σ_c , que idealmente debería ser igual a la unidad, no es elevada y aumenta en los dos modelos con la longitud de iniciación desde un valor de 1.45 hasta 1.8 aproximadamente, en el rango de a_i analizado.

En el apartado 3 se comentaron las diferentes formas de estimar la duración de la fase de iniciación en cuanto a dónde y cómo evaluar las tensiones. Tres alternativas eran propuestas: evaluar las tensiones en la superficie, a una profundidad igual a la longitud de iniciación, a_i , y tomar la tensión media entre la superficie y a_i . Las dos primeras pueden servir como cotas inferior y superior de las estimaciones de vida, figura 10, siempre que se tomen como correctas las vidas de propagación estimadas con las leyes de crecimiento utilizadas. Esto quiere decir que estas cotas afectan a la idoneidad del proceso de estimación de la vida de iniciación. La figura 10 muestra cómo evaluando las tensiones en la superficie se obtienen unos resultados muy parecidos a los obtenidos considerando exclusivamente la

propagación, mostrados en la figura 8. Esto es debido a que las tensiones en la superficie son muy altas y por lo tanto el número de ciclos de iniciación muy pequeño. En cambio, la cota superior, que consistiría en evaluar las tensiones en a_i , predice unas vidas excesivamente altas para longitudes de iniciación superiores a 50 micras. Esto implica que su efectividad como cota superior queda muy limitada debido probablemente al alto gradiente de tensiones cerca de la superficie. Los buenos resultados obtenidos por McClung et al. [6] en entallas evaluando las tensiones en a_i , a pesar de haber utilizado valores de a_i del orden de 75 micras, pueden ser debidos al pequeño gradiente, comparado con el caso de fatiga por fretting, existente en los casos que analizaron.

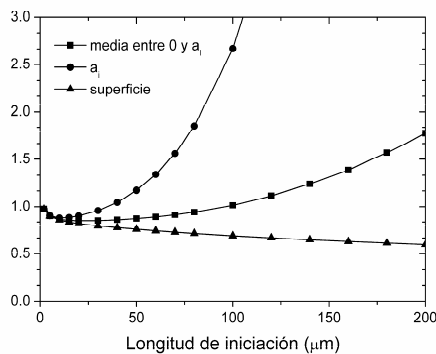


Figura 10. Parámetro \hat{c} , en función de la longitud de iniciación. Cada curva corresponde a uno de los tres modelos para iniciación: i, ii e iii, considerando en este último una tensión media entre la superficie y a_i .

5. CONCLUSIONES

Se ha presentado un nuevo modelo de estimación de vida en fatiga por fretting que combina la iniciación con la propagación de grietas obteniendo buenos resultados tanto en la predicción de la vida como de la evolución de la grieta en fatiga por fretting con contacto esférico. En la fase de iniciación se han empleado unas curvas de fatiga modificadas que determinan el número de ciclos para iniciar una grieta de un tamaño determinado. Las principales conclusiones se detallan a continuación.

La longitud de iniciación escogida influye poco en los resultados si es menor que la profundidad a la que llega la influencia de las tensiones del contacto. Además, la longitud elegida influye más sobre la evolución inicial de la grieta predicha que sobre la vida final.

Es posible modelar el comportamiento de la grieta cuando es pequeña a través de las curvas de iniciación, es decir, las curvas de fatiga simple que proporcionan el número de ciclos para iniciar una grieta de un tamaño determinado.

Para longitudes de iniciación muy pequeñas, del orden de 2 micras, se obtienen muy buenos resultados incluso con el modelo que considera exclusivamente la

propagación. Sin embargo, la aplicabilidad de las leyes de crecimiento para grietas tan pequeñas es dudosa. Por ello es importante un modelo como el propuesto que mantiene una buena calidad de los resultados para longitudes de iniciación mayores, en este caso hasta 100 micras.

En cualquier caso, debe hacerse el análisis de un número mayor de casos, incluyendo otras geometrías con distintos gradientes de tensiones como el contacto cilíndrico, que permitan extender las conclusiones aquí obtenidas.

AGRADECIMIENTOS

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

REFERENCIAS

- [1] R.B. Waterhouse, T.C. Lindley. *ESIS Publication* 18. MEP, London, 1994.
- [2] S. Muñoz, C. Navarro, J. Domínguez, "Application of fracture mechanics to estimate fretting fatigue endurance curves", *Engineering Fracture Mechanics* 74, pp.2168-2186, 2007.
- [3] C. Navarro, S. Muñoz, J. Domínguez. "Crack evolution in fretting fatigue with spherical contact", enviado a *Engineering Fracture Mechanics* en 2007.
- [4] C. Navarro, M. García, J. Domínguez, "A procedure for estimating the total life in fretting fatigue", *Fatigue Fract. Engng. Mater. Struct.* 26, pp.459-468, 2003.
- [5] C. Vallengano, 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.
- [6] R.C. McClung, W.L. Francis, S.J. Hudak Jr. "A new approach to fatigue life prediction based on nucleation and growth", *9th International Fatigue Congress*, Atlanta, mayo 2006.
- [7] 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.

SIMULACIÓN CON ELEMENTOS FINITOS DE PROPAGACIÓN DE GRIETAS EN MATERIALES COMPUESTOS

González Aguado R *, Armendáriz Benítez I*, García Martínez J *, García Peláez F *, San Millán Fiel J*

* Instituto Nacional de Técnica Aeroespacial (INTA). Departamento de Materiales y Estructuras
Carretera de Ajalvir Km. 4. 28850 Torrejón de Ardoz. Madrid, SPAIN
e-mail: gonzalezar@inta.es, Teléfono: +34 91 520 2006

RESUMEN

La Tolerancia al Daño es definida como la capacidad que tiene una estructura aeronáutica para seguir soportando, aun en presencia de daño, ya sea producido por fatiga, condiciones ambientales, o por accidente (Ej.: impacto de herramientas de trabajo), las cargas estáticas y/o dinámicas producidas durante su vida en servicio, hasta que el daño sea detectado mediante inspecciones. El propósito de estas inspecciones es la detección del daño antes de que se alcance un tamaño crítico, causando en la estructura la imposibilidad de soportar las cargas y produciéndose por ello el fallo estructural.

En el caso de estructuras en material compuesto, hay un problema adicional: la dificultad de detectar daño interno. Se requieren costosas inspecciones no destructivas (NDI), tales como escaneos por ultrasonidos, para detectar por ejemplo delaminaciones interlaminares. Este es uno de los modos más comunes de fallo, especialmente para estructuras sometidas a cargas de compresión y trabajando en régimen de post-pandeo, y reduce drásticamente la capacidad de la estructura. Se han puesto en marcha investigaciones en la simulación FEM del comienzo y del crecimiento de delaminaciones en estructuras de material compuesto. En general las herramientas computacionales requeridas son complicadas y costosas, y en muchos casos hay una considerable diferencia entre los resultados de la simulación y los ensayos.

Muchas herramientas están basadas en la técnica del cierre virtual de grieta (VCCT), la cual es ampliamente aplicada para calcular la tasa de liberación de energía basada en resultados de análisis FEM. Esta técnica permite predicciones tanto del comienzo de grieta (o delaminación), como del crecimiento de la misma para cargas de compresión estáticas. Sin embargo la técnica es muy dependiente de la metodología FEM usada (tamaño de la malla por ejemplo) y de los parámetros del análisis no-lineales empleados para simular el comportamiento estructural en post-pandeo. Cuando nos referimos a los códigos de FEM comerciales, hay muchas limitaciones de las herramientas VCCT, tal y como ocurre con el solver MSC.NASTRAN, estándar en el campo aeroespacial y aceptado como herramienta de certificación.

Este artículo explica detalladamente una herramienta desarrollada por el INTA, que basada en la técnica VCCT y usando como código base MSC.NASTRAN, permite mediante un programa “in house” (desarrollado en código C++), simular el crecimiento de la delaminaciones en FEMs de estructuras en material compuesto y con delaminaciones iniciales. En el mismo también se detalla, la metodología FEM empleada, y finalmente, se muestra una comparación entre los resultados de las simulaciones FEM, y los resultados experimentales, entre los cuales se puede observar una correlación muy precisa.

ABSTRACT

Damage Tolerance is defined as the capacity of an aeronautic structure to support in presence of damage, either produced by fatigue, ambient conditions, or accidental causes (e.g. tool impacts), the static and/or cyclic loads produced during their service life, until the damage is detectable by means of inspections. The purpose of those inspections is the damage detection before it reaches the critical size, causing the structure to not be able to support the loads and producing the structural failure.

In the case of Composite Materials there is an additional problem: the difficulty to detect internal damages that require expensive NDI (non destructive inspections), such as ultrasonic scans, to detect for instance interlaminar delaminations. This is one of the most common failure modes for composite structures, especially for compression loads and post-buckling regime and reduces drastically the structural capability. Many investigations are carried out on FEM simulation of delaminations onset and growth in composite structures. In general it has been found that the simulation tools are complicated and computationally expensive, and there is in many cases a considerable difference in the structure behaviour between the simulation and the tests.

Many tools are based on the Virtual Crack Closure Technique (VCCT), which is widely applied for computing the energy release rates based in FEM analyses results. This technique allows both prediction of delamination onset and growth to static compression loads, however the technique is very dependent of the FEM methodology used (mesh size for instance) and the parameters of the non – linear analysis used to simulate the post-buckling behaviour. When referring to commercial FEM codes, there are many limitations because the VCCT is not implemented in many cases, as happens with MSC.Nastran, the standard solver in the aerospace industry, and accepted as a certification tool.

This paper explains in detail an “in-house” tool developed at INTA, that based on the Modified VCCT and using MSC.Nastran as base code, simulates the delamination growth of a composite structure with initial delaminations. The FEM methodology required for this purpose is also explained in detail, and a comparison between simulation and test results is given, showing a very accurate correlation.

PALABRAS CLAVE: Material Compuesto, VCCT, Delaminación

1. INTRODUCCIÓN

La Tolerancia al daño se define como la capacidad de una estructura aeronáutica para soportar en presencia de daño, incluso producido por fatiga, o condiciones ambientales, o causas accidentales (ejemplo: caída de herramientas), los esfuerzos estáticos y/o cíclicos producidos durante su vida en servicio, hasta que el daño sea detectado mediante inspecciones. El objeto de estas inspecciones es la detección de daño antes de que alcance el tamaño crítico, momento en el que la estructura no puede soportar los esfuerzos produciéndose el fallo estructural.

En el caso de materiales compuestos hay un problema adicional: la dificultad de detectar daños internos (tales como delaminaciones interlaminares), requiriendo complicados y caros métodos de inspección. Este es uno de los más comunes modos de fallo para materiales compuestos. Muchos autores han caracterizado tanto el inicio como el crecimiento de la delaminación, dando una variedad de herramientas para predecir el comportamiento del material compuesto [2,5-8]. Una de estas herramientas esta basada en mecánica de fractura lineal, es el VCCT (técnica del cierre virtual de grieta), que computa la tasa de liberación de energía (SERR).

En la industria aeroespacial, MSC.Nastran es ampliamente aceptado, y además reduce el número de ensayos en estructuras metálicas y de material compuesto.

El INTA ha creado una herramienta que simula el crecimiento de la delaminación: una aplicación externa al solver MSC.Nastran, la cual post-procesando resultados de FEMs de MSC.Nastran (desplazamientos y fuerzas), simula el crecimiento de grieta. La aplicación esta basada en el mencionado VCCT, tiene las siguientes características principalmente:

- Controla el algoritmo de la delaminación (lineal, cuadrático, power law)
- Necesita bajo tiempo de proceso
- Es robusto y tiene buena convergencia

Esta aplicación ha sido realizada en lenguaje C++, y gestiona el crecimiento de la delaminación siguiendo el siguiente esquema:

- Lanza el análisis inicial creado por el modelo FEM,
- Calcula un índice de fallo lineal usando VCCT con los resultados del análisis,
- Modifica el modelo FEM simulando la propagación de la grieta acorde con los resultados del índice de fallo,
- Vuelve a lanzar el análisis con el FEM modificado (técnica restart),
- El programa da como resultado, la curva Área delaminada Vs carga aplicada.

En el artículo se introduce la herramienta de crecimiento de delaminación y también se explica la metodología FEM empleada. Los resultados experimentales son descritos para validar la herramienta de simulación (test realizados por QinetiQ, ver [7]), y se da una comparación entre la simulación y los resultados de los tests. Finalmente se presentan las conclusiones y la linea de trabajo prevista.

2. FUNDAMENTOS DE LA TÉCNICA DEL CIERRE VIRTUAL DE GRIETA

La técnica del cierre virtual de grieta fue publicada originalmente en 1977 [1], aunque últimamente muchos artículos son publicados en relación a la aplicación de esta técnica [2].

Para calcular la tasa total SERR G_T , se necesitan calcular tres componentes: modo I (G_I) debido a la tensión interlaminar, modo II (G_{II}) y modo III (G_{III}) debido a las cortaduras interlaminares.

$$G_I = \frac{\Delta U_I}{\Delta A} = \frac{1}{2} \frac{F_z |u_z^{\text{superior}} - u_z^{\text{inferior}}|}{\Delta A}$$

$$G_{II} = \frac{\Delta U_{II}}{\Delta A} = \frac{1}{2} \frac{F_r |u_r^{\text{superior}} - u_r^{\text{inferior}}|}{\Delta A}$$

$$G_{III} = \frac{\Delta U_{III}}{\Delta A} = \frac{1}{2} \frac{F_\theta |u_\theta^{\text{superior}} - u_\theta^{\text{inferior}}|}{\Delta A}$$

En las ecuaciones, ΔU_i es el incremento de energía liberado según el modo i debido al progreso del frente de delaminación (el área de la delaminación crece ΔA). F_i son las fuerzas (según la dirección i) en el frente de la delaminación, y u_i son los desplazamientos del frente de la delaminación a lo largo de la dirección i , una vez que la delaminación ha crecido (de los nodos superior e inferior la delaminación). Por lo tanto, la técnica VCCT requiere 2 análisis FEM diferentes para los cálculos con pequeñas variaciones en los tamaños de la delaminación.

Para simplificar esta técnica, se desarrolló la técnica modificada de cierre virtual de grieta (MVCCT). Su simplificación aumenta la velocidad en los análisis, siendo necesario un solo FEM (y un solo análisis) para estimar la tasa de liberación de energía. La hipótesis empleada, es que los desplazamientos de los nodos del frente de la delaminación una vez que empieza a crecer es similar a la forma del mismo antes de crecer considerando los desplazamientos a una distancia igual al crecimiento de la delaminación. De esta manera se obtiene fácilmente el SERR con un solo modelo FEM usando un único análisis.

Normalmente, la contribución G_{III} para el fallo es mucho más baja que la contribución de los modos I y II, por lo que se hace una segunda hipótesis obviando esta contribución. Finalmente, la fórmula aplicada para el índice de fallo, es:

$$F = \frac{G_I}{G_{Ic}} + \frac{G_{II}}{G_{IIc}} + \frac{G_{III}}{G_{IIIc}} = \frac{G_I}{G_{Ic}} + \frac{G_{II}}{G_{IIc}}$$

Donde, G_{Ic} y G_{IIc} son valores críticos de material. El crecimiento de la delaminación se produce al aplicar una carga, tal que el índice de fallo sea igual o mayor que 1.

3. MARCO DE TRABAJO EXPERIMENTAL

En una primera fase de estudio, el análisis es llevado al nivel de subcomponentes: un panel rigidizado representativo de un ala o estructura de un fuselaje. El panel seleccionado pertenece a la campaña de tests realizados por QinetiQ de paneles rigidizados con impactos y daños artificiales, evaluados a cargas de compresión estáticas (ver [7]). El estudio presentado en este artículo está limitado a uno de los paneles evaluados: un panel con tres largueros pegados fabricados con Fibredux HTA/6376C, con una única delaminación embebida de forma circular, $\phi = 40$ mm, en una de las bahías, entre la 4ª y la 5ª capa.

En fases posteriores del estudio se pretende realizar análisis mas complicados, considerando daños de impactos controlados, y múltiples delaminaciones (diferentes tamaños de delaminaciones y en diferentes capas).

4. SIMULACIÓN FEM

Como se ha explicado anteriormente, la herramienta empleada para el análisis del crecimiento de la delaminación es el solver MSC.Nastran [3]. NASTRAN es el programa FEM mas usado en la industria aeronáutica, el cual incluye capacidades para realizar análisis de resistencia residual en materiales compuestos. Es en general un código de propósito general (principalmente análisis estáticos lineal y dinámico), y tiene varias limitaciones en relación a la mecánica de fractura, especialmente en el caso del uso de análisis no lineales en materiales compuestos.

Las propiedades del laminado y el apilado se introducen en el modelo FEM, formado por elementos placa de material compuesto con sus correspondientes propiedades laminares. La carga se aplica en forma de desplazamiento forzado (SPCD), para simular adecuadamente los ensayos cuasiestáticos y correlar fácilmente ambos los resultados. El análisis es estático no lineal.

Las condiciones de contorno (ver figura 1) simulan las condiciones reales del test:

O Un nodo simula la carga del movimiento de compresión de la máquina, el cual está unido rigidamente al borde del panel. Este nodo está restringido en todos los grados de libertad (por Single Point Constraint or SPCs), excepto en el grado de libertad correspondiente a la dirección de la carga.

O El otro lado del panel está empotrado.

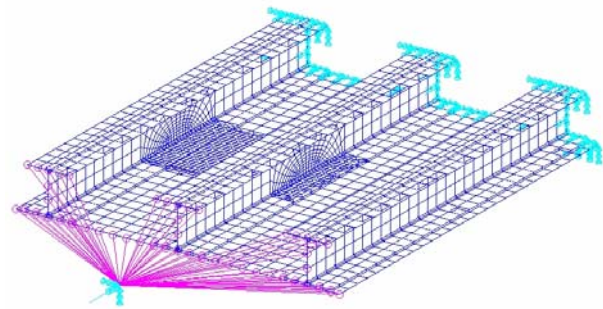


Figura 1. Condiciones de contorno del FEM

5. CRECIMIENTO DE LA DELAMINACIÓN

El crecimiento de la delaminación se simula empleando la técnica de la suelta de nodos [4]. Para este propósito se define el área de la delaminación, donde la delaminación puede crecer, con la siguiente modelización. Esta área contiene un grupo de nodos duplicados y uniones rígidas: Multi Point Constraints (MPCs). En la figura 2 se muestra el FEM, realizado con elementos placa QUAD4.

Como se ha explicado anteriormente, en la primera fase del estudio solo se considera fallo el crecimiento de la delaminación a una profundidad dada (en este caso entre la 4ª y 5ª capa), pero en futuras fases de el estudio se estudiarán otros tipos de fallos (grietas interlaminares, daños de impactos, múltiples delaminaciones, migraciones de las delaminaciones, etc.).

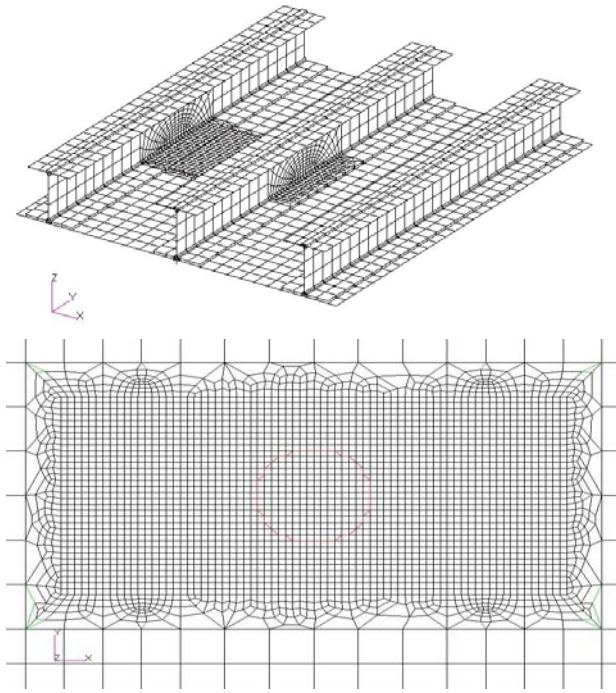


Figura 2. Detalle del panel rigidizado con delaminación del FEM

El área de delaminación tiene dos nodos coincidentes en el plano donde crecerá (Figura 3). Los nodos superior e inferior de la delaminación están unidos por una MPC hasta la suelta de nodos que simula la delaminación.

Las MPCs liberadas en el frente de la delaminación simulan el avance de la grieta. Además, se utilizan elementos de contacto para evitar posibles interpenetraciones entre la parte superior e inferior de la delaminación.

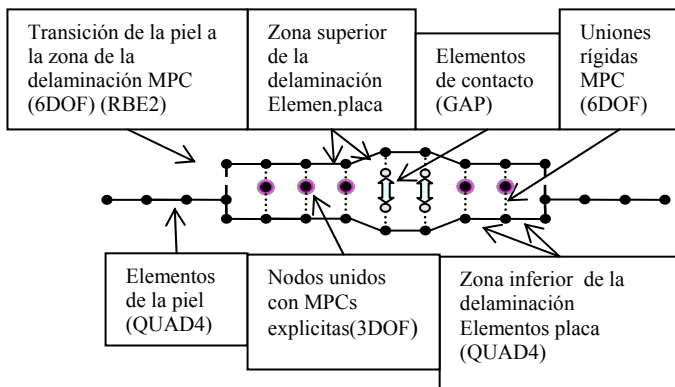


Figura 3. Detalle de la zona de la delaminada

6. ALGORITMO DEL CRECIMIENTO DE LA DELAMINACIÓN

Para controlar el crecimiento de la delaminación, se ha generado un programa ejecutable en lenguaje C++, que interactúa con MSC.Nastran siguiendo los pasos que se muestran en la figura 4.

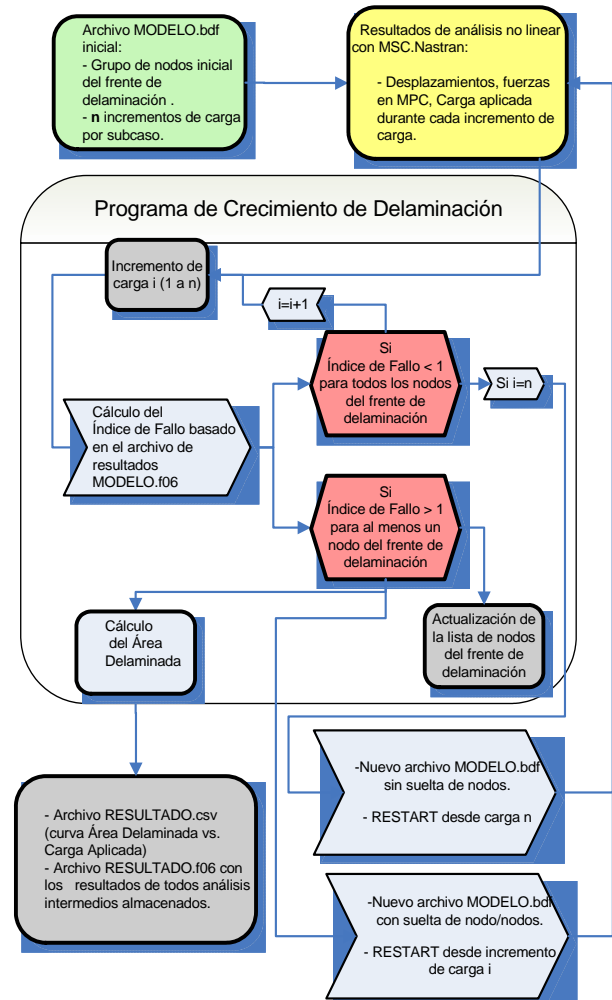


Figura 4. Diagrama del algoritmo de la delaminación

El método usado para simular el crecimiento de la delaminación está basado en la técnica de liberación de MPCs en los nodos [4] y en la operación de RESTART [3], operación disponible en MSC.Nastran. RESTART permite reiniciar un análisis estructural desde un estado de desplazamientos o esfuerzos correspondientes a un nivel de carga deseado por el usuario: un paso de carga dado en un análisis no lineal. Cuando se realiza un RESTART, MSC.Nastran permite usar una nueva configuración FEM (de un modelo modificado, como puede ser liberar alguna MPC).

Este proceso comienza con un análisis no lineal del modelo FEM del panel. El Programa comienza lanzando este análisis del fichero inicial con el solver de MSC.Nastran y posteriormente lee los resultados

generados en el fichero (*.f06) para los diferentes pasos de carga aplicados.

El programa calcula el valor del índice de fallo explicado anteriormente basado en SERR y MVCCT, (el desplazamiento de cada nodo del frente de la delaminación es calculado para todos los pasos de carga).

Si el índice de fallo es mayor que la unidad para un nodo en un paso dado, la correspondiente MPC es liberada, relanzando el análisis con RESTART, a partir de ese nivel de carga para el nuevo modelo sin MPC. En el caso de que el índice de fallo sea menor que uno para todos los pasos de carga, se aumenta la carga y se vuelve a lanzar el análisis, este bucle se repite hasta que aparezca algún error de convergencia, que normalmente aparece cuando la delaminación alcanza a alguno de los rigidizadores.

Los resultados obtenidos por la herramienta son:

- Los resultados del fichero (f06) de MSC.Nastran. Este fichero contiene información de (desplazamientos, carga aplicada, liberación de MPC) de todos los resultados intermedios y finales.
- Un fichero.csv con la información del área delaminada Vs carga aplicada. Este es el principal resultado usado para verificar la validez del método, correlando esta curva con las obtenidas en los ensayos.

La principal característica de la herramienta es la automatización del proceso: Conseguir el crecimiento de la delaminación sin la intervención del usuario, usando el fichero del modelo original, y utilizando los valores GIIc y GIIc definidos por el usuario al principio.

7. RESULTADOS – COMPARACIÓN ENTRE LA SIMULACIÓN Y LOS TESTS

La siguiente figura muestra el Área delaminada (mm^2) versus Carga aplicada ($\mu\epsilon$), curva obtenida con la herramienta de crecimiento de la delaminación, para cinco diferentes pasos de carga (incrementos de desplazamiento forzado): 0.1, 0.125, 0.15, 0.2 mm, y junto a ellas la curva experimental (en color claro). Esta curva ha sido obtenida de los resultados de los ensayos realizados por QinetiQ, quienes realizaron ensayos y análisis de fallo de paneles rigidizados con impactos o defectos artificiales, y estudiaron la evolución del daño cuando se aplica una carga de compresión estática a paneles. Para más información se puede consultar [7].

Como se esperaba, el incremento del área de la delaminación comienza cuando el panel pandea. La velocidad de crecimiento (pendiente de la curva) es adecuado y similar a la curva experimental, aunque ligeramente dependiente del incremento de carga usado. Se comprueba que la simulación se aproxima bastante a los resultados del ensayo.

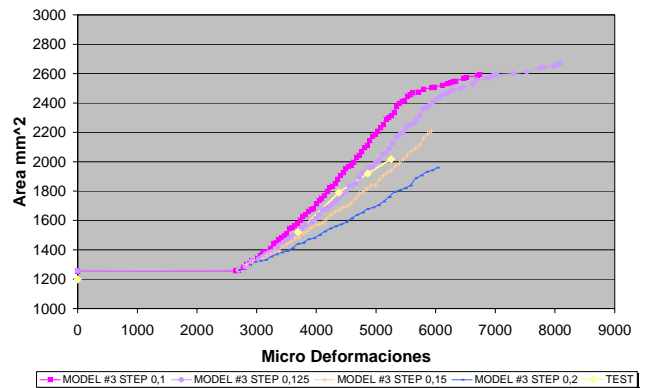


Figura 5. Comparación entre resultados del test y la simulación con diferentes incrementos de carga (en mm)

También se realiza una comparación de la forma de la delaminación durante el proceso de carga. En la figura 6 se muestran imágenes del área delaminada, los resultados obtenidos de QinetiQ se consiguieron por inspección mediante ultrasonidos. Las fotos fueron tomadas sin desmontar el panel de los herrajes del ensayo.

Foto1: delaminación inicial ($\phi = 40$ mm) sin carga, foto2 (carga aplicada de $4379 \mu\epsilon$), foto3 (carga aplicada $5255 \mu\epsilon$). En la figura 7 se muestran imágenes de la forma de la delaminación obtenidas mediante simulación para esas mismas cargas. Como podemos observar en ambos existe una ligera asimetría en la forma de la delaminación.

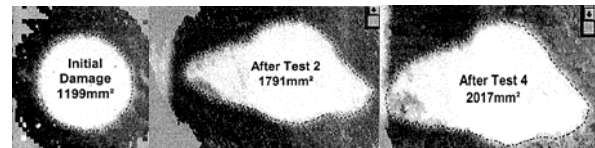
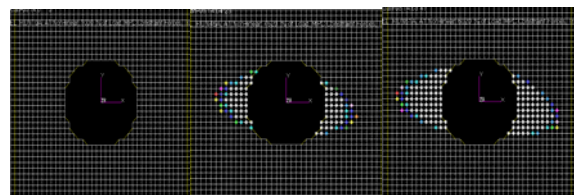


Figura 6. Fotos de la delaminación (ultrasonidos). ©Copyright QinetiQ Ltd



Área = 1400 mm^2 Área = 1775 mm^2 Área = 2125 mm^2

Figura 7. Imágenes de la delaminación obtenidas mediante simulación

8. CONCLUSIONES Y FUTUROS TRABAJOS

Este estudio se ha enfocado en la viabilidad de la simulación del proceso de crecimiento de la delaminación para paneles de material compuesto. Los

resultados de la simulación han sido obtenidos con modelos FEM (MSC.Nastran), y una herramienta para el crecimiento de la delaminación, con las siguientes hipótesis:

- Presencia de una sola delaminación inicial (entre las capas 4ª y 5ª).
- La delaminación está restringida a un solo plano.
- El despegue de los rigidizadores no se ha considerado en este estudio para simplificar.

La principal conclusión de los resultados de la simulación es que son bastante consistentes y prometedores al compararlos con los resultados de los ensayos experimentales:

- Captura adecuada del inicio del crecimiento de la delaminación (carga necesaria para comenzar la delaminación).
- Pendiente correcta de crecimiento de la delaminación.
- Forma bastante similar al área de la delaminación acorde con el proceso de carga.

El parámetro que más afecta a la simulación de análisis no lineales, principalmente es el incremento de carga usado. En futuros trabajos, se buscará extender el estudio a otros paneles para validar la herramienta de crecimiento de delaminación. También se investigará:

- Utilización de otros criterios de fallo usados para el crecimiento de delaminación (cuadráticos, exponencial, etc.)
- Presencia de múltiples delaminaciones.
- Permitir migraciones de delaminaciones.
- Otros tipos de fallo, como grietas interlaminares consideradas en los análisis.
- Análisis de paneles dañados por impacto.

9. AGRADECIMIENTOS

El trabajo presentado en este artículo ha sido realizado con el grupo de acción Garteur SM-AG32, en el cual se incluyen centros de investigación, universidades y compañías como: CIRA, QinetiQ, DLR, INTA, ONERA, SICOMP, CNR, EADS-M-Germany, ALENIA, SAAB, Imperial College of London, Universidad de Tecnología de Lulea, y la Universidad de Nantes.

Los autores desean agradecer el apoyo de QinetiQ por permitirnos utilizar sus resultados de los ensayos requeridos para la validación de las herramientas de simulación.

10. REFERENCIAS

[1] E. F. Rybicki, M. F. Kanniken, "A Finite Element Calculation of Stress Intensity Factors by a Modified Crack Closure Integral", Engineering Fracture

Mechanics, Volume 9, issue 4, 1977, pages 931-938.

- [2] Ronald Krueger, "The Virtual Crack Closure Technique: History, Approach and Applications", NASA/CR-2002-211628, ICASE Report No. 2002-10; ICASE, NASA Langley Research Center, Hampton, Virginia.
- [3] MSC NASTRAN 2005 Reference Manual. MSC Software Corporation.
- [4] Anderson, T.L. "Fracture Mechanics: Fundamentals and Applications", CRC Press, 1995.
- [5] K.-F. Nilsson, L.E. Asp, J.E. Alpmann, L. Nystedt, "Delamination buckling and growth for delaminations at different depths in a slender composite panel", International Journal of Solids and Structures 38, 2001, pages 3039-3071.
- [6] G.A.O. Davies, D. Hitchings, J. Ankersen, "Predicting delamination and debonding in modern aerospace composite structures", Composites Science and Technology 66, 2006, pages 846-854.
- [7] E. Greenhalgh, C. Meeks, A. Clarke, J. Thatcher, "The performance of post-buckled CFRP stringer-stiffened panels containing defects and damage", 44th AIAA Structures, Structural Dynamics and Materials Conference, Norfolk, 2003
- [8] R. Krueger, P.J. Minguet, T.K. O'Brien, "Implementation of interlaminar fracture mechanics in design: an overview", 14th International Conference on Composite Materials (ICCM-14), San Diego, 2003

MODELADO DEL CRECIMIENTO DE UNA GRIETA EN MODO I A LO LARGO DE UNA INTERFAZ DÉBIL MEDIANTE EL MEC. APLICACIÓN AL ENSAYO DE FRACTURA INTERLAMINAR DE MATERIALES COMPUESTOS

L. Távara, V. Mantić, E. Graciani, J. Cañas, F. París

Grupo de Elasticidad y Resistencia de Materiales, Escuela Técnica Superior de Ingenieros,
Universidad de Sevilla, Camino de los Descubrimientos s/n - 41092 Sevilla, España
E-mail: ltavara@esi.us.es, mantic@esi.us.es, graciani@esi.us.es, canas@esi.us.es, paris@esi.us.es

RESUMEN

Se presenta un estudio numérico de propagación de daño en laminados de materiales compuestos. En particular se estudia el ensayo de tenacidad a fractura interlaminar (G_{Ic}) de dos láminas unidireccionales de fibra de carbono unidas por una capa de adhesivo. El ensayo se desarrolla con control en desplazamientos para asegurar una propagación estable de la grieta. En el código del Método de los Elementos de Contorno (MEC) 2D el adhesivo se modela como una interfaz débil mediante una distribución continua de muelles con una ley de comportamiento lineal-frágil que representa razonablemente el comportamiento del adhesivo real. Uno de los aspectos importantes a destacar en el mencionado código es que el crecimiento de la grieta es independiente del tamaño de la malla (separación entre muelles). Los resultados obtenidos muestran que las propiedades de la solución numérica local están de acuerdo con las predicciones de la teoría de la interfaz débil. Los diagramas carga-desplazamiento obtenidos mediante el código del MEC se comparan con los obtenidos en los ensayos en el laboratorio.

ABSTRACT

A numerical study of damage propagation in composites laminates is presented. Interlaminar fracture toughness (G_{Ic}) test of two unidirectional carbon fiber laminates joined by an adhesive layer is studied. Displacement control was used in the test to assure stable crack propagation. The adhesive is modeled in a 2D Boundary Element Method (BEM) code as a weak interface using a continuous distribution of springs following an elastic-brittle law which provides a good representation of the actual adhesive behavior. It is important to mention that in the BEM code the crack growth is independent of the mesh size (distance between springs). It is shown that local properties of the numerical solution agree with predictions of the weak interface theory. Load – displacement diagrams obtained from the BEM analysis are compared with the diagrams obtained in the laboratory tests.

PALABRAS CLAVE: Materiales compuestos, Fractura interlaminar, Interfaz débil, MEC.

1. INTRODUCCIÓN

La exitosa aplicación de materiales compuestos reforzados con fibras largas, así como de la unión adhesiva composite – composite, hace necesario el estudio de uniones adhesivas de laminados ante cargas que provocan su separación.

En muchas situaciones prácticas, el comportamiento de uniones adhesivas puede ser descrito modelando la zona de unión como una distribución continua de muelles [1], de rigidez adecuada que siguen una ley de comportamiento elástica lineal - frágil, que simula la presencia del adhesivo, este modelo es llamado “interfaz débil” o “interfaz elástica” [2].

Usualmente los métodos de simulación de propagación de grietas están basados en la Mecánica de la Fractura Elástica Lineal (MFEL) asumiendo necesariamente la presencia de al menos una grieta e imposibilitando así el estudio de daño previo o de iniciación de grietas que

necesariamente ocurre en la etapa inicial del proceso de fractura. Por el contrario modelos como el Modelo Cohesivo de Fractura (MCF) o el modelo de interfaz débil suponen hipótesis contrarias a las supuestas dentro de la MFEL, esto es, la inexistencia de la singularidad en el campo de tensiones (tensiones no acotadas) en el vértice de la grieta. Estos modelos no sólo permiten estudiar la propagación de grietas sino que a diferencia de la MFEL puede estudiarse también el daño inicial introducido por la formación de grietas así como estimar la carga máxima que puede soportar la estructura y la energía de fractura.

En el presente trabajo el comportamiento de interfaz débil ha sido implementado en el código del MEC desarrollado en el Grupo de Elasticidad y Resistencia de Materiales (GERM) de la Universidad de Sevilla, que es una herramienta numérica capaz de modelar el problema elástico plano de múltiples sólidos con un comportamiento anisótropo contemplando la posibilidad de contacto entre los mismos, donde ahora además

permite que la zona de contacto tenga un comportamiento que sigue la teoría de interfaz débil. Otra característica del mencionado código es que tanto en la zona de contacto elástico como en la zona de interfaz débil, utiliza una formulación en la cual las ecuaciones de equilibrio y compatibilidad se establecen de forma débil, que permitiría el uso de discretizaciones no conformes [3, 4, 5].

En la actualidad la evaluación de la calidad de la unión adhesiva (encolado) se realiza mediante el ensayo de fractura interlaminar, donde se calcula la energía de fractura interlaminar crítica (G_{Ic}). Un amplio estudio de este ensayo así como de los diferentes adhesivos utilizados fue realizado en el laboratorio de GERM [6].

El conocimiento del comportamiento de las uniones adhesivas es de vital importancia para la evaluación de la calidad de la unión y la obtención de parámetros que caractericen su comportamiento mecánico ante la fractura, tanto para el diseño como también para el control de calidad del proceso productivo.

Otra aplicación del modelo de interfaz débil y que será objeto de futuros estudios será el modelar una serie de ensayos que se emplean en la caracterización de las propiedades de resistencia de la interfaz entre la fibra y la matriz en materiales compuestos.

2. INTERFAZ DÉBIL

Siguiendo el razonamiento de Lenci [2] la interfaz débil es considerada como la conexión entre las dos superficies que se encuentran unidas por el adhesivo, y la zona dañada consiste en la separación debido a la ruptura de la capa de adhesivo. Los muelles que simulan la capa de adhesivo siguen una ley de comportamiento elástica lineal – frágil de la forma (figura 1):

$$\sigma = k\delta \quad \text{si } \delta < \delta_c, \quad \text{y} \quad \sigma = 0 \quad \text{si } \delta > \delta_c \quad (1)$$

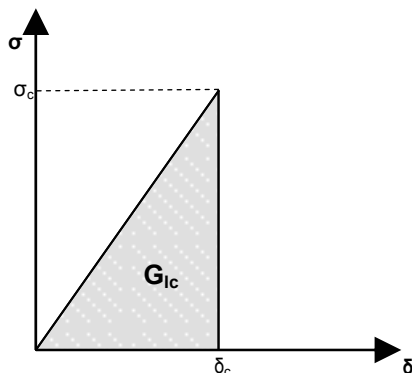


Figura 1. Ley de comportamiento de los muelles.

Donde σ es la tensión normal que actúa en el muelle y δ es el desplazamiento normal relativo de los extremos del muelle, es decir la separación entre las superficies. σ_c y δ_c son la tensión normal y desplazamiento normal relativo críticos que alcanza el muelle al romper.

Según la teoría de interfaz débil las tensiones locales en el área cerca al vértice de la grieta son “suaves” respecto a las tensiones producidas por una interfaz “perfecta”, ya que en una interfaz débil no se encuentran tensiones de tipo singular. Esto conlleva que en la propagación de la grieta a lo largo de la interfaz débil las tensiones se mantengan acotadas [2,7]. Cabe señalar que el comportamiento de las tensiones en la mencionada zona es de la forma:

$$\sigma \cong \sigma_0 + \sigma_1 \xi [\ln(\xi) - 1] \quad (2)$$

donde σ_0 y σ_1 son constantes y $x = a\xi$, siendo x la distancia desde el vértice de la grieta hacia el extremo que aún se mantiene unido y a una longitud característica, típicamente la semilongitud o longitud de la grieta.

3. IMPLEMENTACIÓN DE LA INTERFAZ DÉBIL EN EL MEC 2D EN MODO I

3.1. Formulación incremental del problema

Para la obtención de la solución del problema se considera que las cargas o desplazamientos prescritos se aplican de forma gradual, afectados por un factor de carga λ , tal que $0 \leq \lambda \leq 1$.

De esta manera, en el comienzo del proceso de solución se define un tamaño inicial de la zona que está unida por el adhesivo, lo cual permite, plantear un sistema de ecuaciones lineales con el cual es posible obtener la solución elástica correspondiente a la definición hecha en la región de unión. Esta solución cumplirá todas las restricciones de la interfaz débil en un rango de valores del factor de carga $0 \leq \lambda \leq \lambda_1$, con $\lambda_1 \geq 0$.

Así, la solución del problema se obtiene como una sucesión de tramos lineales “pasos de carga”. Por tanto la solución del problema se dividirá en un número, indeterminado a priori, M de pasos de carga en los cuales los valores de las variables del problema se comportan linealmente de la forma:

$$\phi(x, \lambda) = \lambda \Delta_m \phi(x) \quad (3)$$

con $\lambda_{m-1} \leq \lambda \leq \lambda_m$ y $m = 1, \dots, M$, donde $\phi(x, \lambda)$ representa el valor que tiene cualquier variable del problema en un punto x una vez aplicada una fracción λ de la carga y $\Delta_m \phi(x)$ representa el valor obtenido para dicha variable de la solución del sistema de ecuaciones lineales correspondiente al m -ésimo paso de carga.

3.2. Ley de comportamiento del muelle en forma incremental.

Como se ha mencionado anteriormente la interfaz débil puede ser caracterizada por la ley de comportamiento $\sigma - \delta$. Dada la capacidad de resolución del código MEC y haciendo un análisis sobre la mencionada ley, se

implementó una ley de comportamiento análoga $\Delta\sigma - \Delta\delta$.

Considerando al adhesivo como un sólido con características lineales elásticas e intentando reproducir su comportamiento mediante una distribución continua de muelles, se asume que la rigidez total de un bloque prismático de adhesivo (K_{adh}) de sección $L \cdot e$ y altura h , como muestra la figura 2(a), sería igual a:

$$K_{adh} = \frac{E_{adh} L e}{h} \quad (4)$$

Donde E_{adh} es el Módulo de Young del adhesivo, L la distancia entre los muelles y e el ancho del bloque, como lo muestra la figura 2.

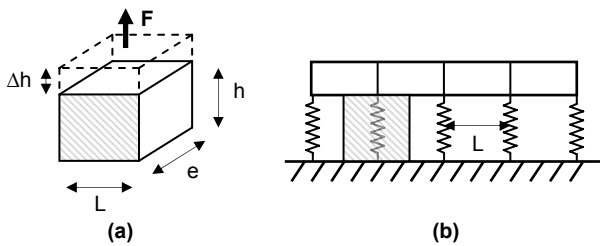


Figura 2. (a) Sección de adhesivo visto como sólido, (b) distribución de muelles en el MEF.

Si se aplica una fuerza F en dirección paralela a la dimensión h el adhesivo se deformará una distancia Δh , según se observa en la figura 2(a). Recordando además que el adhesivo cumple la ley de comportamiento:

$$F = K_{adh} \cdot \Delta h, \quad (5)$$

y

$$F = \sigma L e, \quad (6)$$

entonces,

$$\sigma = \left[\frac{K_{adh}}{L e} \right] \Delta h, \quad (7)$$

$$k = \frac{K_{adh}}{L e} = \frac{E_{adh}}{h}, \quad (8)$$

es decir, k representa una aproximación del Módulo de Young del adhesivo dividido entre h que sería el espesor de la capa de adhesivo. Finalmente escribiendo la ecuación (7) de manera incremental:

$$\Delta\sigma = k \Delta\delta \quad (9)$$

obtenemos la ley de comportamiento de los muelles implementada. Es importante mencionar que para esta relación el área bajo la curva, figura 1, es el valor de G_{Ic} .

Para el caso del Método de los Elementos Finitos (MEF) la ley de comportamiento que presentan los muelles sería la ecuación (5), destacando que si se varía el número de muelles, los parámetros que regulan la ley de comportamiento se verían afectados, no siendo así para el caso del MEC, es decir la ley y sus parámetros se mantiene constantes variando el número de muelles que se incluyen en la zona de la interfaz.

3.3. Condiciones de contorno lineales.

Las condiciones de contorno se definen sobre los nodos de uno de los contornos (llamado contorno A) que se encuentran en la zona de interfaz débil donde será necesario imponer las siguientes condiciones de contorno en todos los nodos presentes en el contorno A correspondiente al m-ésimo paso de carga:

$$\Delta_m t_n^A(x) = k \Delta_m \delta_n, \quad \Delta_m t_s^A(x) = 0 \quad (10)$$

donde, $t_n^A(x)$ son las tensiones normales, δ_n es el desplazamiento relativo en dirección normal al contorno (separación respecto al otro contorno) y $t_s^A(x)$ son las tensiones tangenciales. De esta manera, se cumple que las tensiones normales cumplen la ley de comportamiento descrita en la ecuación (9) y que las tensiones tangenciales son nulas (Modo I).

3.4. Condiciones de contorno no lineales.

Al resolver en cada paso de carga se calcula en cada nodo el λ_m que provoca que se incumpla la relación:

$$\sigma < \sigma_c \quad (11)$$

Por tanto, la solución será válida hasta el menor de los λ calculados anteriormente. En el siguiente paso de carga se resuelve sustituyendo la condición de contorno (10), en el nodo que ha fallado, por la siguiente condición

$$\Delta_{m+1} t_n^A(x) = 0, \quad \Delta_{m+1} t_s^A(x) = 0 \quad (12)$$

este procedimiento se repite cuantas veces sea necesario para alcanzar el equilibrio al haber aplicado toda la carga. No obstante, liberar los nodos uno a uno conlleva que la propagación de la grieta sea suave, en contra de la evidencia experimental que muestra un crecimiento a saltos.

Por tanto se ha determinado el final de cada paso de carga con el instante en que se incumpla la relación (11) en 20 nodos consecutivos.

4. ENSAYO EXPERIMENTAL

4.1. Descripción del ensayo

El ensayo que se utiliza en la industria aeronáutica para evaluar la tenacidad a la fractura interlaminar en

uniones composite-composite se realiza según la normativa AITM 1.0005 [8] y/o I+D-E 290 [9]. El tipo de probeta utilizada es el de doble viga en voladizo, como se muestra en la figura 3.

La probeta DCB se compone de dos laminados unidos por una capa de adhesivo. Los laminados deben ser procesados en concordancia con EN 2565 y las probetas se cortan una vez curado el panel.

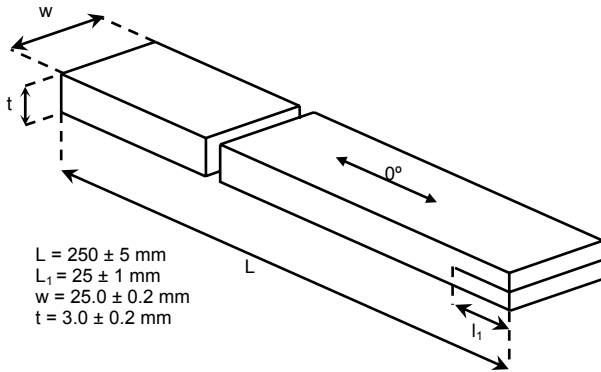


Figura 3. Esquema del dispositivo de la probeta de ensayo.

Para facilitar la sujeción de la probeta a las mordazas de la máquina, se pegan a la probeta unos tacos de dimensiones reducidas y geometría similar a la que se muestra en la figura 4.

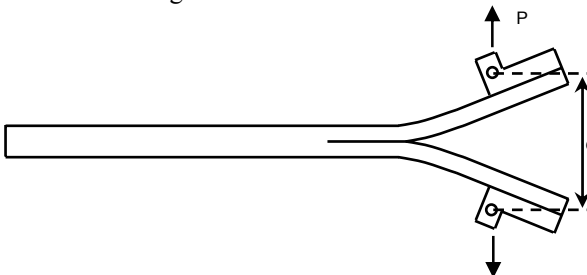


Figura 4. Esquema del dispositivo de ensayo.

Durante la propagación de la grieta, la carga (P) y el desplazamiento (d) de las mordazas de la máquina se registran de forma continua.

Las curvas carga – desplazamiento obtenidas experimentalmente se muestran en la figura 5.

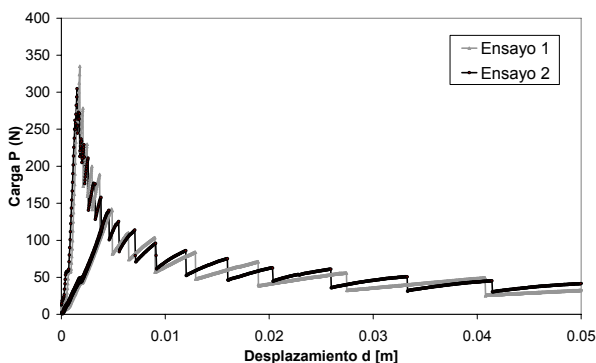


Figura 5. Curvas carga desplazamiento experimentales.

4.2. Tipo de adhesivo

Basándonos en el amplio estudio de resultados experimentales de ensayos de G_{Ic} para distintos adhesivos [6], se observó que los adhesivos FM 300K0.5 y EA 9695 K.05 presentan escalones en la gráfica experimental carga – desplazamiento, este comportamiento podría explicarse por el soporte tipo “knife” de poliéster que presentan dichos adhesivos, como se muestra en la figura 6.



Figura 6. Adhesivo con soporte de tejido de poliéster.

4.3. Cálculo de k

Dado que no se conocen los parámetros del modelo usado para el adhesivo, estos se ajustan aproximando la curva carga-desplazamiento experimental mediante la numérica. De los resultados experimentales obtenemos valores de G_{Ic} , la energía unitaria liberada, longitud de la grieta, así como las gráficas carga vs desplazamiento.

Con estos datos podemos obtener una primera aproximación del desplazamiento crítico (δ_c) y haciendo uso de la relación (13) podemos encontrar la pendiente k a utilizar. Luego con una comparación entre los resultados numéricos y experimentales estos valores se pueden ajustar todavía mejor.

$$G_{Ic} = \frac{k\delta_c^2}{2} \quad (13)$$

Otros métodos de prueba y error que hacen uso de la energía total liberada y así obtienen el valor de K_{adh} , se presentan en Jiménez [6,10].

Cabe mencionar la concordancia entre los valores de K_{adh} y k según la relación descrita en la ecuación (8), obtenidos en [6] y en el presente trabajo.

5. RESULTADOS NUMÉRICOS

Para el estudio numérico se realizó un modelo 2D que fue resuelto con el código del MEC citado anteriormente, donde se asumieron las hipótesis de deformación plana y comportamiento elástico lineal de los materiales.

Los laminados eran de compuestos fibra de carbono – epoxy con denominación 8552/AS4 (cinta a 0°) las propiedades ortótropas del compuesto son:

$$\begin{aligned} E_x &= 135 \text{ GPa} & E_y &= 10 \text{ GPa} & E_z &= 10 \text{ GPa} \\ \nu_{xy} &= 0.3 & \nu_{yz} &= 0.4 & \nu_{xz} &= 0.3 \\ G_{xy} &= 5 \text{ GPa} & G_{xz} &= 5 \text{ GPa} \end{aligned}$$

El adhesivo empleado es un adhesivo epoxy con soporte y denominación EA 9695 K.05, para la que se dedujeron las siguientes propiedades para los muelles, que describen su comportamiento:

$$\begin{aligned} k &= 1.514 \text{ GPa/m} \\ \sigma_c &= 1.514 \text{ MPa.} \end{aligned}$$

Se aplicó progresivamente un desplazamiento total, en las láminas, de valor 25 mm en dirección normal al contorno, a una distancia de 15 mm del extremo donde se encuentra la grieta inicial.

Los resultados de las tensiones normales en la zona donde se encuentran los muelles, producidas en el último paso de carga, se muestran en la figura 7, para el caso en que la capa de adhesivo con una longitud total inicial de 225 mm, se simula con 468 y 936 muelles. En dicha zona se colocan los muelles de manera que un extremo se encuentra en cada nodo del contorno A y en un punto opuesto del contorno B.

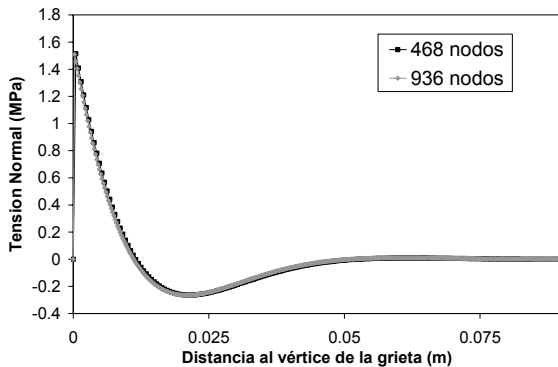


Figura 7. Tensiones normales en torno al vértice de la grieta

Cabe destacar que la solución local de tensiones cerca del vértice de la grieta está de acuerdo con las predicciones de la teoría de interfaz débil [2]. Así lo muestran la figura 8 y la expresión (14), obtenida de la mencionada gráfica aplicando el método de los mínimos cuadrados, donde se representa el valor de σ/σ_c frente a ξ cuando la zona inicial de adhesión tiene 468 muelles.

$$\frac{\sigma}{\sigma_c} = 1.00658 + 3.89711\xi (\ln(\xi) - 1) \quad (14)$$

En la figura 9 se muestra el detalle de la deformada obtenida numéricamente, donde además se puede observar el tamaño de la zona donde actúan los muelles y la zona donde los muelles ya han sido rotos.

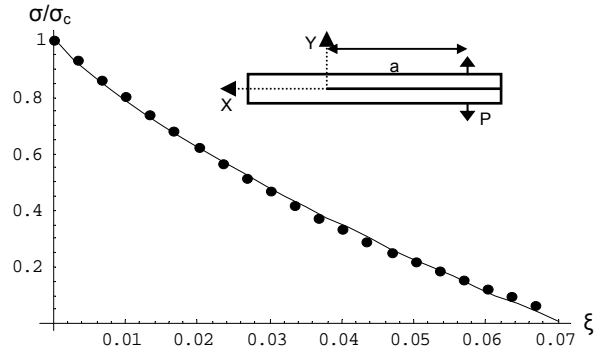


Figura 8. Solución local normalizada de las tensiones y su función de aproximación (ecuación 12)

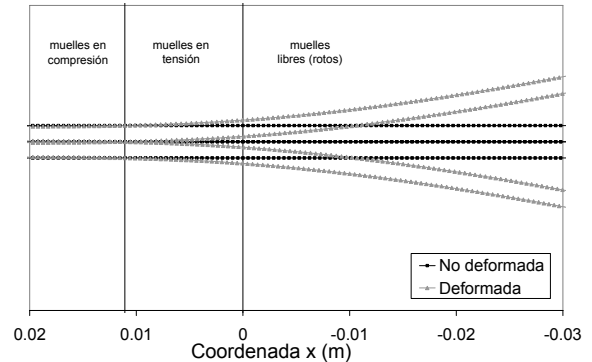


Figura 9. Deformada numérica obtenida

Es interesante además observar la variación de la longitud de la grieta vs. carga aplicada mostrada en la figura 10.

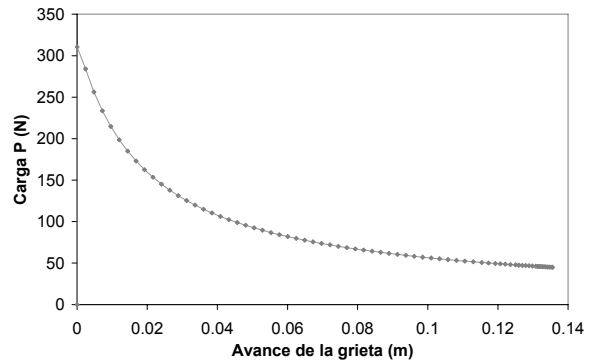


Figura 10. Carga aplicada vs. avance de la grieta

6. COMPARACIÓN NUMÉRICA Y EXPERIMENTAL DE LA CURVA CARGA - DESPLAZAMIENTO

Como se puede observar en la figura 11 los resultados numéricos representan adecuadamente el ensayo experimental por lo que el uso de la teoría de interfaz débil en uniones encoladas de materiales compuestos parece ser una buena solución para representar este problema.

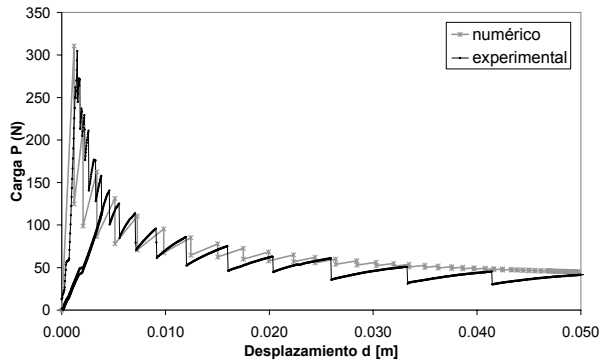


Figura 11. Comparación de las curvas carga – desplazamiento obtenida numéricamente y medida en el laboratorio

7. CONCLUSIONES

Según muestran los resultados numéricos, la teoría de interfaz débil, simulada mediante una distribución continua de muelles, describe adecuadamente el comportamiento de adhesivos usados en uniones encoladas en la industria aeronáutica.

Las soluciones locales de la teoría de interfaz débil han sido comprobadas en el presente trabajo dando énfasis en la no presencia de singularidades en el vértice de la grieta si se trata de una interfaz débil.

La ley de comportamiento de los muelles presentada e incluida en el algoritmo iterativo tiene como ventaja adicional la independencia de las propiedades de los muelles respecto al número de muelles a ser colocados en la interfaz, donde además el área bajo la curva de dicha ley representa directamente el valor de G_{Ic} .

Gracias a los ensayos experimentales y al análisis fractográfico podemos decir que las caídas bruscas en la curva carga-desplazamiento parecen ser causadas por el tejido que soporta la resina.

Se ha demostrado que el comportamiento real de una capa de adhesivo con soporte de tejido de poliéster que une dos láminas unidireccionales se puede reproducir fielmente mediante una distribución de muelles con la ley de comportamiento elástica lineal-frágil junto con el MEC, ajustando adecuadamente los parámetros del modelo discreto (por ejemplo, k , σ_c , y el número de muelles que se pueden partir en un incremento de carga). Este hecho permitirá predecir el comportamiento real de una estructura que incorpora las uniones adhesivas de laminadas aplicando el modelo que aquí se ha desarrollado.

Los resultados obtenidos en este trabajo pueden tomarse como punto de partida para hacer un estudio de diferentes tipos de adhesivo y estudiar más a fondo el papel que juega el tipo de soporte.

AGRADECIMIENTOS

Los autores desean agradecer el financiamiento de este trabajo por los proyectos TRA2005 - 06764 y TRA2006 - 08077 del Ministerio de Educación y Ciencia y los proyectos de excelencia TEP – 1207 y TEP – 02045 de la Junta de Andalucía.

REFERENCIAS

- [1] Erdogan F., *Fracture Mechanics of interfaces*, In: Damage and Failure of Interfaces, Rossmanith ed., Balkema, Rotterdam, 1997.
- [2] Lenci S., *Analysis of a crack at a weak interface*, International Journal of Fracture, **108**: 275-290, 2001.
- [3] Graciani E., *Formulación e implementación del método de los elementos de contorno para problemas axisimétricos con contacto. Aplicación a la caracterización de la interfase fibra matriz en materiales compuestos*, Tesis Doctoral, 267 pag. ETSI – Universidad de Sevilla, España, 2006.
- [4] Graciani, E., Mantic, V., París, F. y Blázquez, A., *Weak formulation of axi-symmetric frictionless contact problems with boundary elements. Application to interface cracks*, Comput Struct, **83**: 836-855, 2005.
- [5] Blázquez A., París F., Mantič V., *BEM solution of two-dimensional contact problems by weak application of contact conditions with nonconforming discretizations*, International Journal of Solids and Structures, **35**: 3259-3278, 1998.
- [6] Jiménez M. E., *Modelización del ensayo de tenacidad a la fractura interlaminar en materiales compuestos*, Proyecto de Fin de Carrera, 137 pag. ETSI – Universidad de Sevilla, España, 2006.
- [7] Geymonat G., Krasucki F., Lenci S., *Mathematical analysis of a bonded joint with a soft thin adhesive*, Mathematics and Mechanics of Solids, **4**: 201-225, 1999.
- [8] AITM 1-0005, *Determination of interlaminar fracture toughness energy. Mode I. Issue 2*, AIRBUS, 1994.
- [9] I+D-E-290, *Ensayo de tenacidad a la fractura interlaminar sobre estratificados de fibra de carbono*, CASA, 1988.
- [10] Jiménez M. E., Cañas J., Mantič V., Ortiz J. E., *Estudio numérico y experimental del ensayo de tenacidad a fractura interlaminar de uniones adhesivas composite-composite*, MATCOMP '07, Valladolid, 2007.

EDITORIAL	◆
CONFERENCIAS INVITADAS	◆
FRACTURA DE MATERIALES BIOLÓGICOS Y BIOMATERIALES	◆
FRACTURA DE MATERIALES CERÁMICOS Y PÉTREOS	◆
FRACTURA DE MATERIALES METÁLICOS	◆
FRACTURA DE MATERIALES POLÍMEROS	◆
FATIGA E INTERACCIÓN CON EL MEDIO AMBIENTE	◆
MÉTODOS ANALÍTICOS Y NUMÉRICOS	◆
SEGURIDAD Y DURABILIDAD DE ESTRUCTURAS	◆
TÉCNICAS EXPERIMENTALES	◆
APLICACIONES Y CASOS PRÁCTICOS EN INGENIERÍA	◆
ÍNDICE TEMÁTICO	◆
ÍNDICE DE AUTORES	◆

LA INFLUENCIA DE LAS CENIZAS VOLANTES COMO SUSTITUTO PARCIAL DEL CEMENTO PÓRTLAND EN LA DURABILIDAD DEL HORMIGÓN: PROPIEDADES FÍSICAS, DIFUSIÓN DEL IÓN CLORURO Y DEL DIÓXIDO DE CARBONO

O. I. Molina Bas, A. Moragues Terrades y J. C. Gálvez Ruiz

Departamento de Ingeniería Civil: Construcción, E.T.S.I. de Caminos, Canales y Puertos,
Universidad Politécnica de Madrid, Calle del Profesor Aranguren s/n, 28040 Madrid, España
E-mail: omolina@caminos.upm.es, amoragues@caminos.upm.es y jcgálvez@caminos.upm.es

RESUMEN

La durabilidad del hormigón, está influenciada por la capacidad de transporte de los fluidos en su red porosa. El uso de cenizas volantes en hormigón está extendido por el ahorro económico que supone y los cambios micro-estructurales motivados por la adición. Existe consenso en que las cenizas reducen el tamaño de poro. Aunque, los cambios de composición y micro-estructurales en la durabilidad del material no están completamente claros. En el XXIV Encuentro se presentó un estudio sobre cómo afectaban las cenizas a la permeabilidad y a la estructura porosa. Este trabajo complementa el anterior, extendiendo el estudio a los resultados de los ensayos de carbonatación y difusión de cloruros. Los resultados obtenidos ponen de manifiesto que las cenizas no modifican del mismo modo la carbonatación y la difusión de cloruros. La difusión de cloruros se ve más afectada por los cambios de la estructura porosa. Los iones carbonato interaccionan químicamente con la matriz por lo que su avance se ve afectado por los cambios en composición generados por la reacción pozolánica.

ABSTRACT

Concrete durability is influenced by the transport capacity of the fluids in its porous network. The use of fly ash in concrete is extended due to the economic savings, and the micro-structural changes motivated by the addition. Most agree on the effectiveness of the ashes to reduce pore size. Nevertheless both composition and micro-structural changes are not entirely clear in terms of durability. A study on how the ash affects concrete's permeability and porous structure was presented at the XXIV Conference. The current work complements the previous one, including chloride diffusion and accelerated carbonation tests. The results show that the ashes modify these diffusion processes differently. The chloride diffusion is more sensible to changes in the porous structure. Carbonate ions, however, interact chemically with the concrete matrix, thus its progress is affected by changes in composition due to the pozzolanic reaction.

PALABRAS CLAVE: Hormigón, Durabilidad, Cenizas Volantes, Cloruros y Carbonatación.

1. INTRODUCCIÓN

En las últimas décadas se han realizado esfuerzos para mejorar la calidad y durabilidad de los hormigones. Es conocido [1, 2] que las puzolanas pueden contribuir a mejorar las características del hormigón. Entre estas se destaca el refinamiento de la estructura porosa del material. Además, las cenizas volantes ofrecen un impacto positivo como sustituto parcial del cemento portland. La reducción de la dosis de cemento en las mezclas de hormigón abarata los costes del material, disminuye la contaminación asociada a la producción de cemento y ayuda a solucionar el problema de eliminación de las cenizas.

Desde un punto de vista económico, la vida útil de las infraestructuras se encuentra limitada por el deterioro de los materiales de construcción. En el año 2002, EE.UU. estimó que los costes de corrosión en sus infraestructuras ascienden a los 22,6 mil millones de

dólares anuales [3] y se prevé que esa cantidad aumente a razón de \$500 millones anuales [4].

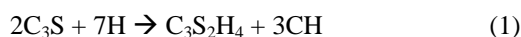
La Instrucción Española de Hormigón Estructural (EHE-98) define la durabilidad de una estructura de hormigón y su armadura como “su capacidad para soportar, durante la vida útil para la que ha sido proyectada, las condiciones físicas y químicas a las que está expuesta”. La penetración del agua y de las sustancias disueltas en ésta, pueden causar el deterioro del hormigón armado. Al igual que la difusión del dióxido de carbono y los iones de cloruro provocan la degradación acelerada del material. La durabilidad de un hormigón dependerá en gran medida de la capacidad del mismo para resistir estos ataques.

El *Comité Euro-International du Béton* (CEB) señala que la mayoría de los procesos químicos y físicos que influyen en la durabilidad de las estructuras de hormigón, están condicionados por el transporte a través de los poros y las grietas. La estructura de poros se puede clasificar por su tamaño y distribución. Según

la Unión Internacional de Química Pura y Aplicada (IUPAC por sus siglas en inglés) los poros se clasifican en: *micro-poros* ($\phi < 2$ nm), *meso-poros* ($2 \text{ nm} < \phi < 50$ nm) y *macro-poros* ($\phi > 50$ nm). Los que suelen afectar a la durabilidad son los *meso-poros* y los *macro-poros*, especialmente en el caso de poros interconectados y porosidad abierta, lo que facilita el transporte de sustancias solubles en líquidos o gases.

1.1 Hidratación del hormigón con cenizas volantes

En los hormigones con adición de cenizas volantes ocurren dos reacciones principales. En la primera se produce gel C-S-H ($\text{C}_3\text{S}_2\text{H}_4$) y Portlandita (hidróxido cálcico) por la hidratación del cemento Portland, ecuación (1). En la segunda, la Portlandita se combina con las cenizas volantes (CV) para formar nuevos geles de C-S-H, ecuación (2). El resultado suele traducirse en un hormigón de mejores propiedades físicas y mecánicas.



La variedad de composición química y propiedades físicas de las cenizas volantes hace difícil predecir de forma general la modificación de las características del hormigón. Por esta razón, el Instituto Americano del Hormigón (ACI por sus siglas en inglés) en su *Guía para Hormigones Duraderos* recomienda el análisis de las cenizas volantes y la realización de ensayos de caracterización del hormigón con adición de cenizas.

En la actualidad la incorporación de cenizas está condicionada por el tipo de cemento disponible en el mercado, en vez de condicionar el tipo de cemento a las cenizas disponibles. Esto resulta en especificaciones diseñadas para que las cenizas se ajusten a los cementos que están disponibles en el mercado. Para explotar adecuadamente las cenizas volantes que provee la industria, el cemento debería ser formulado para optimizar la actuación de la combinación en términos de consistencia, resistencia y durabilidad de los hormigones [5].

Es evidente la necesidad de más investigaciones que exploren el alcance real de las cenizas volantes en la construcción. La influencia de la composición y propiedades físicas de los cementos en la durabilidad de los hormigones con cenizas no está bien definida.

1.2 Objetivos

El objetivo del presente trabajo de investigación, es estudiar la influencia de las cenizas volantes, como sustituto parcial del cemento Portland en la durabilidad del hormigón, dentro de los límites de cantidad de ceniza admitidos por la normativa. Para lograr estos objetivos se realizan ensayos de caracterización: resistencia a compresión y porosimetría por intrusión de

mercurio (MIP por sus siglas en inglés). Además, se estudia la resistencia del hormigón con cenizas a la penetración del CO_2 y del ión cloruro.

2. CAMPAÑA EXPERIMENTAL

2.1. Materiales empleados

EHE-98 especifica que los hormigones con adición de cenizas volantes tienen que fabricarse exclusivamente con cemento CEM I. En este trabajo se ha adoptado cemento CEM I 42.5 R. Se han seleccionado dos cementos con diferentes relaciones de $\text{C}_3\text{S}/\text{C}_2\text{S}$: el primero alcanza la clase resistente por finura de molido, al cual denominamos *F*, y el segundo por su composición, le nombramos *G*.

Los áridos empleados son de naturaleza silíceo y de la misma fuente de procedencia. Los gruesos, con un diámetro máximo de 20 mm, proceden de machaqueo y su módulo granulométrico es de 7,08. La arena poseía un módulo granulométrico de 2,86 y un equivalente de arena de 76%.

Las cenizas volantes empleadas son de naturaleza silíceo y de bajo contenido en óxido de calcio, clasificadas como tipo V de acuerdo a la Instrucción para la Recepción de Cementos (RC-03). Además cumplen con las especificaciones de UNE EN 450, para su empleo como adición al hormigón. Proceden de la central térmica de Andorra (Teruel, España). En la Tabla 1 se presenta la composición química de las cenizas volantes utilizadas y la Tabla 2 muestra mineralogía inferida teóricamente por medio del método de Bogue, UNE 80304:2006.

Tabla 1. Composición química de las cenizas volantes

Compuesto	Cenizas Volantes	Norma
Al_2O_3	30.02	UNE 80230
Fe_2O_3	19.93	UNE 80230
CaO	8.09	UNE 80230
SiO_2	40.56	UNE 196-2

Tabla 2. Composición mineralógica de los cementos

Componente	Holcim (F)	Cemex (G)
C_3S	56,06	65,13
C_2S	17,56	5,84
C_3A	9,84	12,12
C_4AF	7,51	8,24

2.2. Dosificaciones

La dosificación de los áridos se hizo por el método de Bolomey. Se empleó 350 kg de cemento por m^3 de hormigón y una relación agua/cemento de 0,65. En las dosificaciones del hormigón con adición de cenizas volantes se siguieron las recomendaciones de UNE 83414:1990 EX. Además, siguiendo la EHE-98 (art.

37.3.2), *Limitaciones a los contenidos de agua y de cemento* para cementos con adiciones, el contenido de cemento, c , es sustituido por $c + KF$, donde K es el coeficiente de eficacia de las cenizas volantes, y F el contenido de la adición. Así la relación de agua/cemento (a/c) es sustituida por $a/(c + KF)$.

La Tabla 3 presenta las cantidades empleadas de cada material en las dosificaciones. Como coeficiente de eficacia de las cenizas se ha adoptado $K = 0,30$.

Tabla 3. Dosificaciones por m^3 de hormigón

Ceniza / Cemento	Cemento (kg)	Cenizas (kg)	Arena (kg)	Grava (kg)
0,00	350,0	00,0	918,0	780,0
0,15	334,9	52,2	878,5	780,0
0,35	316,7	110,9	830,6	780,0

2.3. Fabricación de las probetas

El hormigón se amasó en una amasadora planetaria de eje vertical de 100 litros de capacidad. Las probetas se confeccionaron en amasadas de 95 litros, obteniéndose de cada amasada 16 probetas cilíndricas de 15 cm de diámetro por 30 cm de altura y 6 probetas cilíndricas de 10 cm de diámetro por 20 cm de altura. El proceso de amasado y curado siguió las recomendaciones de ASTM C 192.

2.4. Ensayos realizados

La Tabla 4 enumera los ensayos realizados y la edad de las probetas a la fecha de ensayo.

Tabla 4. Ensayos realizados

Ensayo	Tiempo (días)		Normas
	28	91	
Resistencia a compresión de probetas	X	X	UNE-EN 12390-3:2003
Profundidad de carbonatación	--	X	UNE 112011:1994
Penetración de cloruros	--	X	ASTM C1543-02
Porosimetría por intrusión de mercurio	--	X	----

La determinación de la resistencia a compresión de probetas se realizó según la UNE-EN 12390-3:2003. Del mismo modo, la porosidad de las muestras se midió con un porosímetro de intrusión de mercurio. La técnica empleada está estandarizada por la ASTM D4404-84 (2004) para su utilización en suelos y rocas. En este estudio se empleó un porosímetro Micromeritics, modelo Autopore IV 9500, que opera hasta una presión de 33.000 psi (228 MPa), cubriendo un rango de diámetro de poro desde 0,006 a 175 μm . Para acondicionar cada muestra, se siguió un proceso de precalentamiento y degasificación en el que la muestra

se secaba a una temperatura de 40 °C hasta peso constante y luego se degasificaba con una bomba de vacío. La intrusión de mercurio fue gradual y para cada condición de equilibrio se mantuvo la presión durante 10 segundos. La cantidad de muestra empleada en cada medida fue de aproximadamente 3,5 gr. $\pm 0,3$ gr.

El ensayo de carbonatación acelerada se realizó en una cámara de carbonatación. Esta consta de un suministro de gas, un higrómetro, un termómetro y una sonda que monitoriza la concentración de CO_2 . Los ensayos se realizaron a los 91 días de curado, a 20 °C ± 2 °C y con una humedad relativa de 95% ± 5 %, las probetas que se emplearon fueron cilíndricas de 100 $\varnothing \times 200$ mm. En el interior de la cámara las muestras se expusieron por un periodo de 91 días a un ambiente de 4.7% ± 2.5 % de dióxido de carbono y la diferencia en nitrógeno. La humedad relativa se mantuvo en el 76% ± 4 % y la temperatura en 24 °C ± 4 °C.

La profundidad de carbonatación se midió según la norma UNE 112011:1994. La valoración se realizó cortando a cada una de las probetas una rodaja de 20 mm de espesor y aplicando en la superficie de expuesta una disolución indicadora de fenolftaleína. La misma probeta se utilizó varias veces para medir la progresión de la profundidad de carbonatación en función del tiempo. Las mediciones se realizaron cada 28 días, hasta alcanzar los 91 días.

Los ensayos para determinar la penetración del ión cloruro en el hormigón, se efectuaron siguiendo las recomendaciones de la norma ASTM C1543-02. Éstos se realizaron a los 91 días de curado, a 20 °C ± 2 °C y con una humedad relativa de 95% ± 5 %, usando probetas cilíndricas de 100 $\varnothing \times 200$ mm. Transcurrido este periodo de tiempo se extrajeron dos piezas de hormigón de 10 mm de espesor mediante corte en húmedo de uno de los lados de la probeta. El fragmento exterior tuvo como función exponer el interior de la probeta y el segundo se mantuvo en la cámara de curado a modo de referencia.

El resto de las probetas se sumergieron en una solución saturada de agua destilada y $Ca(OH)_2$ en un recipiente cerrado hasta alcanzar peso constante, $\pm 0,1$ % en masa, por un periodo de 24 horas. A continuación las probetas se secaron superficialmente y se cubrieron todas las áreas, a excepción de la cara de corte, con una resina epoxi impermeable, Sikafloor - 261. Se aplicaron varias capas hasta alcanzar 1 mm de espesor. La aplicación y posterior secado de la resina siguió las recomendaciones del fabricante de la misma. Superada la etapa, se sumergió la muestra nuevamente en la solución saturada de agua destilada y $Ca(OH)_2$ bajo las condiciones anteriormente descritas. Al finalizar la segunda etapa de saturación las probetas se sumergieron por un periodo de 91 días en una solución de agua destilada y NaCl al 3%. La concentración de la solución se mantuvo constante, mediante evaluaciones semanales en las que se realizaron los ajustes pertinentes.

Concluidos los 91 días de exposición se retiraron las probetas de la solución salina y comenzó la toma de muestras. En la extracción de las muestras se utilizó un taladro de columna al que se le incorporó una corona de polvo de diamante. Mediante el cual, se extrajeron las muestras del material en seco hasta alcanzar los 30 mm de profundidad. Las muestras se tomaron a intervalos de aproximadamente 5 mm, para obtener el perfil de penetración de cloruros. La última fase, la determinación de la concertación del ión cloruro, se realizó según la norma UNE 112010:1994. La titulación se realizó con una disolución de nitrato de plata (Ag NO_3) 0,05 M. El equipo utilizado es un valorador potenciométrico con electrodo selectivo, modelo ML-50 de Mettler Toledo.

3. RESULTADOS

3.1. Resistencia a compresión

La Figura 1 muestra los resultados de resistencia a compresión para cada dosificación y cemento empleados. Los valores presentados corresponden al valor medio de 3 probetas ensayadas.

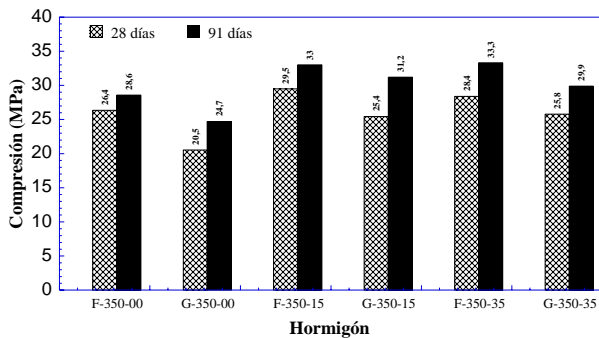


Figura 1. Resistencia a compresión

Los hormigones con cemento *F* proporcionan, a igualdad de condiciones, mayor resistencia a compresión que los hormigones con cemento *G*. Estas diferencias se presentan a todas las edades, para cada proporción de cenizas cemento. Además, se observa que la incorporación de cenizas en un 15 y un 35 por cien no varía significativamente la resistencia para un mismo tipo de cemento. Al mismo tiempo, se observa que los hormigones con cenizas volantes superan la resistencia del hormigón sin ceniza (*blanco* o referencia) a los 28 días, y en especial a los 91 días.

3.2. Penetración de dióxido de carbono

Las Figura 2 y 3 muestran los resultados de penetración de dióxido de carbono para cada dosificación y cemento empleados, a los 91 días de la fecha de amasado. Los valores presentados corresponden a las profundidades medias de penetración de las probetas ensayadas.

La Figura 2 presenta el resultado de las amasadas preparadas con 350 Kg por m^3 de hormigón de cemento

F. Se observa la penetración media de CO_2 y su evolución a través del tiempo. La figura muestra una tendencia en la cual el uso de las cenizas volantes varía la velocidad de penetración y desfavorece la difusión de dióxido de carbono en el hormigón a los 28 y 56 días. Igualmente se aprecia una tendencia en la que las cenizas favorecen la penetración de CO_2 a los 91 días.

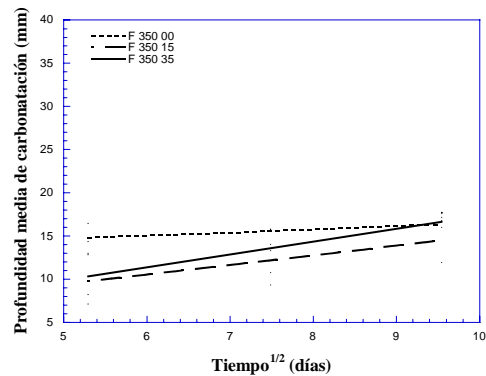


Figura 2. Carbonatación acelerada: cemento *F*

La Figura 3 presenta el resultado de las amasadas preparadas con 350 Kg de cemento *G* por m^3 de hormigón. Se observa la penetración media de CO_2 y su evolución a través del tiempo. Dicha figura revela una tendencia en la cual el uso de las cenizas volantes desfavorece la difusión de dióxido de carbono en el hormigón para todos los niveles de sustitución y a todas las edades estudiadas. Esta propensión, encuentra su óptimo en valores de sustitución cercanos al 15 %.

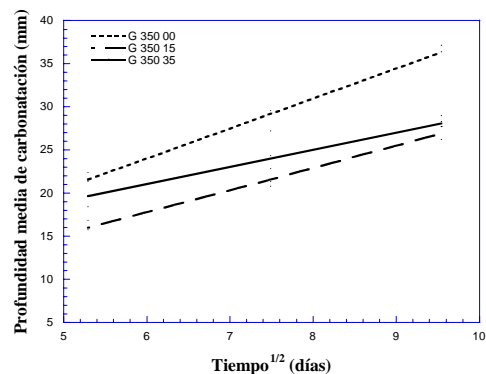


Figura 3. Carbonatación acelerada: cemento *G*

3.3. Penetración del ion cloruro

La Figura 4 muestra los resultados de penetración del ión cloruro para cada dosificación y cemento empleados, a los 91 días de la fecha de amasado. Los valores presentados corresponden a los coeficientes efectivos de transporte del Cl^- en las probetas ensayadas.

La Figura 4 presenta el resultado de las amasadas preparadas con 350 Kg por m^3 de hormigón de cemento *F* y *G*. La figura muestra una tendencia en la que al aumentar volumen de cenizas volantes se reduce la penetración del ión cloruro en el hormigón, para ambos

cementos. No obstante las curvas de ajuste muestran una variación en el comportamiento.

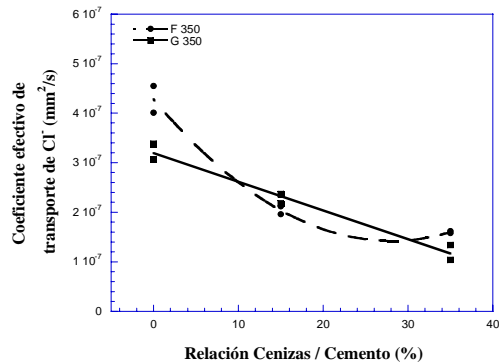


Figura 4. Penetración de iones de cloruro

3.4. Porosimetría por intrusión de mercurio

La Figura 5 presenta la resistencia a compresión y la porosidad total, medida por intrusión de mercurio, a los 91 días de amasado. Los hormigones con cemento *G* presentan una porosidad total mayor que los fabricados con cemento *F*. Se observa que una mayor porosidad lleva asociado disminuciones de resistencia.

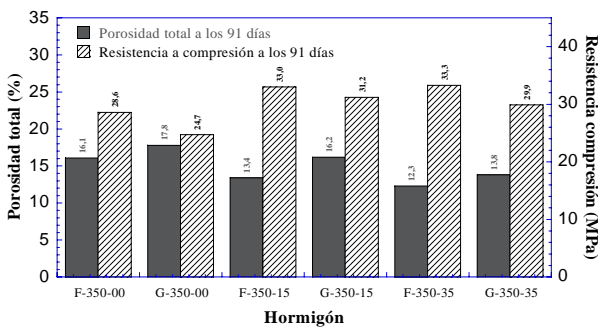


Figura 5. Resistencia a compresión y porosidad total

Las Figuras 6 y 7 muestran las curvas de intrusión de mercurio para los dos hormigones estudiados. Los hormigones con cemento *G* presentan un mayor volumen de *meso-poros* que los fabricados con cemento *F*. En el caso de los macro-poros ocurre lo opuesto, los hormigones con cemento *F* muestran una intrusión superior que en los que se utilizó cemento *G*.

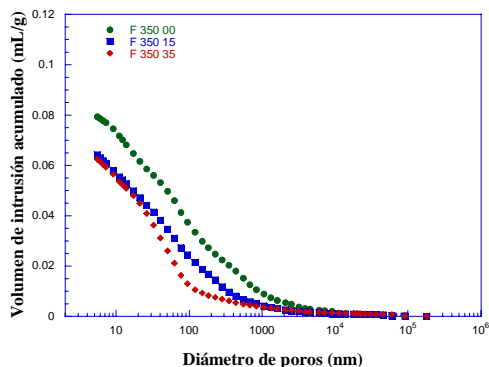


Figura 6. Distribución de poros: cemento *F*

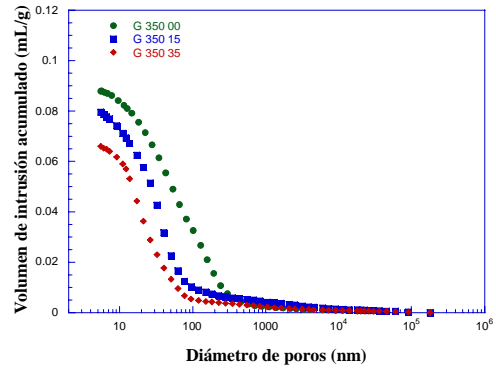


Figura 7. Distribución de poros: cemento *G*

4. DISCUSIÓN

Los ensayos realizados muestran claramente una mejora de la resistencia a compresión de los hormigones con adición de cenizas, a los 28 y 91 días, para los cementos estudiados. El aumento del contenido de cenizas del 15 al 35% no modifica significativamente el comportamiento mecánico de material.

En los ensayos de carbonatación acelerada los hormigones fabricados con cemento tipo *F* presentan valores nominales de penetración de CO_2 menores que los de hormigones confeccionados con cementos *G*. Los cambios que produce la adición de ceniza al avance del frente carbonatado varía por el tipo de cemento empleado.

Al comparar los hormigones con cenizas con sus referencias, los hormigones fabricados con el cemento tipo *F* muestran una menor penetración inicial de CO_2 , que tiende a igualarse en el largo plazo. Mientras, que los hormigones fabricados con el cemento tipo *G* muestran una menor penetración de carbonatos a edades tempranas y esta se mantiene durante el período de estudio. El mejor comportamiento lo presentan en ambos casos los hormigones con una sustitución de un 15% de ceniza.

Al analizar los resultados es importante tener en cuenta la diferencia en la composición de los dos cementos. La relación $\text{C}_3\text{S}/\text{C}_2\text{S}$ en el cemento *G* es tres veces mayor en el cemento *F*. La consecuencia directa es una mayor disponibilidad de portlandita. Cálculos estequiométricos muestran que la hidratación de C_3S produce cerca de 2,2 más hidróxido de calcio que la misma cantidad de C_2S [6]. Por lo que, es posible esperar una mayor disponibilidad de portlandita libre para reaccionar con el carbonato y consecuentemente un mayor retraso en el avance de la carbonatación. de estos cementos con las cenizas. El cemento tipo *F* por su finura determinará una más rápida reacción de puzolánica con la consecuente reducción de portlandita libre, lo que reducirá las posibilidades de reacción con los carbonatos [7].

Los resultados de penetración del ión cloruro muestran una tendencia a reducir el coeficiente de difusión de cloruros a medida que aumenta el contenido de cenizas. Las reducciones observadas son significativas en los dos cementos pero las curvas de tendencia de estas reducciones son visiblemente diferentes en ambos casos. Los hormigones con cemento *F* muestran una reducción muy significativa con una sustitución de ceniza del 15%, para mostrar muy poca modificación cuando aumenta la adición. Estos resultados son coherentes con los cambios que muestran las curvas de intrusión de mercurio, donde las diferencias más significativas se producen para ese cemento entre el 0 y el 15% de adición.

En los hormigones fabricados con el cemento tipo *G* la reducción del coeficiente es proporcional al contenido de ceniza y las diferencias encontradas entre el 0 y el 15% de adición son similares a las encontradas entre el 15 y el 35%. Al observar los cambios producidos en la curva de intrusión de mercurio para las mismas combinaciones de ceniza / cemento el comportamiento es similar.

La reducción de porosidad total en el hormigón, para cada cemento estudiado, con las distintas adiciones de ceniza conlleva un aumento de resistencia. Sin embargo tanto el valor de la porosidad total como el de la resistencia a compresión, muestran una tendencia a la estabilización a medida que se aumenta el contenido de ceniza. Este hecho es explicable si se admite una variación del factor de eficacia de la ceniza en función del porcentaje que se emplea. Valores moderados de adición parecen proporcionar mejores factores de eficacia por el mayor contacto entre las cenizas y los productos de hidratación del cemento, favoreciendo la reacción puzolánica de las cenizas. Una dosis elevada de cenizas parece obstaculizar el óptimo aprovechamiento de las mismas, porque impide el contacto entre la portlandita y las cenizas volantes, lo que disminuye su coeficiente de eficacia.

5. CONCLUSIONES

Los resultados presentados permiten mejorar la comprensión del comportamiento de los hormigones con cenizas volantes, como sustituto parcial del cemento Portland. De los resultados obtenidos se puede concluir que:

- Las cenizas volantes pueden contribuir a mejorar la resistencia a compresión a edades tan tempranas como los 28 días.
- La eficacia de la adición de ceniza frente a la penetración de carbonatos depende del contenido libre de portlandita. Siendo más efectiva la adición cuanto mayor sea el contenido de portlandita libre.
- La penetración del ión cloruro se reduce por el uso de cenizas volantes. La eficacia de la ceniza frente al

avance del cloruro esta asociada a las reducciones de porosidad producidas por la adición.

- El comportamiento de los hormigones con cenizas volantes varía en función de las características físicas y químicas de los cementos empleados, a pesar de que éstos estén catalogados bajo la misma designación de cementos comunes. En este trabajo se han empleado dos cementos CEM I 42,5 R.

AGRADECIMIENTOS

Los autores manifiestan su agradecimiento al Prof. Manuel Fernández Cánovas y a la Dra. Ana M. Guerrero Bustos por su asesoramiento en el desarrollo del trabajo. También agradecen a los Ministerios de Educación y Ciencia y al de Fomento las ayudas económicas concedidas a través de los proyectos BIA2005-09250-C03-02, MFOM 2004/9 y MFOM 01/07. Así como al IECA la financiación parcial de los ensayos. Además, agradecen a la Universidad de Puerto Rico en Mayagüez la ayuda económica a la estancia del Ing. Omar I. Molina Bas en la Universidad Politécnica de Madrid.

REFERENCIAS

- [1] Pihlajavaara, S.E.y.P., H. ; (1975) "On the Correlation between Permeability Properties and Strength of Concrete". *Cement and Concrete Research*, 5, 321 – 328.
- [2] Naik, T.R., Singh, S.S. y Hossain, M.M.; (1994) "Permeability of Concrete Containing Large Amount of Fly Ash". *Cement and Concrete Research*, 24 (5), 913 – 922.
- [3] Koch, G.H., Brongers, M.P.H., Thompson, N.G., Virmani, Y.P., y Payer, J.H. (2002) *Corrosion Costs by Industry Sector*. Supplement to Materials Performance, 4 – 8.
- [4] Materials and Methods for Corrosion Control Reinforced and Prestressed Concrete Structure in New Construction. Smith, J.L.y.V., Y.P.: *US Department of Transportation*.
- [5] Newman J. B. and Owens, P.L.; (2004) "The Use of Beneficiated Fly Ash as a Component of Cement in Concrete". *ACI Materials Journal: Special Publication*, 221, 73 - 90.
- [6] Rasheeduzzafar; (1992) "Influence of Cement Composition on Concrete Durability". *ACI Materials Journal* 89 (6), 574 – 586.
- [7] Davis, R.E., Carlson, R.W., Kelly, J.W., y Davis, H. E.; (1937) "Properties of Cements And Concretes Containing Fly Ash". *ACI Journal Proceedings*, 33 (5), 577 - 612.

PERMEABILIDAD Y POROSIDAD EN HORMIGONES AUTOCOMPACTANTES

E. B. Bermejo Núñez, A. Moragues Terrades, J. C. Gálvez Ruiz y M. Fernández Cánovas

Departamento de Ingeniería Civil: Construcción, E.T.S.I. de Caminos, Canales y Puertos,
Universidad Politécnica de Madrid, Calle del Profesor Aranguren s/n, 28040 Madrid, España
E-mail: ebermejo@caminos.upm.es, amoragues@caminos.upm.es, jcgálvez@caminos.upm.es y
mfcánovas@caminos.upm.es

RESUMEN

Los hormigones autocompactantes (HAC) son relativamente novedosos. La principal diferencia respecto a los hormigones convencionales es su comportamiento en estado fresco. Hasta ahora, los estudios desarrollados se han centrado en obtener dosificaciones óptimas para que estos hormigones presenten comportamiento en estado fresco que permita caracterizarlos como autocompactantes, y con frecuencia para hormigones de resistencia alta. Los estudios relativos a la durabilidad de los HAC son escasos, especialmente en el caso de hormigones de resistencia moderada. Este trabajo presenta los resultados de los ensayos de permeabilidad de HAC de resistencia característica 30 MPa, con objeto de estudiar uno de los aspectos importantes de la durabilidad. En los hormigones obtenidos se han realizado ensayos de porosimetría por intrusión de mercurio, que permiten conocer el tamaño y distribución de poros, así como la porosidad total del hormigón. Además se ha realizado el ensayo de penetración de agua bajo presión. A partir de los resultados obtenidos se establecen las conclusiones relativas a los aspectos de durabilidad relacionados con la permeabilidad y la microestructura de la red porosa.

ABSTRACT

The self-compacting concretes (SCC) are relatively novel. The main difference between them and conventional concretes is their workability. Up to date, SCC studies have been focused on optimal dosages development, and their characterization as high performance concretes. Durability studies are scarce, especially for moderate strength concretes. Concrete mechanical properties and their porous structure were evaluated in this study. This paper presents mercury intrusion porosimetry in order to explore the pore diameters, pore size distribution and total porosity. The permeability was measured with water under pressure. The results provide information related to the permeability and microstructure of porous network.

PALABRAS CLAVE: Durabilidad, Hormigón autocompactante, Permeabilidad, Porosidad.

1. INTRODUCCIÓN

Los primeros trabajos sobre estos hormigones se realizaron en Japón, en 1986, por el profesor Okamura, que introdujo el concepto de HAC. Son hormigones que nacieron como una solución para asegurar la calidad y durabilidad de estructuras fuertemente armadas donde el proceso de vibración era complicado. Desde entonces mucho se ha avanzado en el conocimiento de este tipo de hormigones.

El principal rasgo distintivo de los HAC frente a los hormigones convencionales es su comportamiento en estado fresco. Su composición es diferente, tienen un alto contenido de finos, incluyen aditivos en dosis mayores y reducen el contenido de árido grueso. A lo largo de los últimos años se ha estudiado de forma notable la influencia de estos parámetros en las características reológicas y mecánicas, existiendo, no obstante, lagunas en cuanto a algunos aspectos relacionados con su durabilidad.

Según diversos autores [1, 2] este tipo de hormigón presenta una durabilidad igual o superior a la del hormigón convencional, que se justifica por su diferente micro-estructura. Sin embargo se ha encontrado, en general, una falta de relación de las características que pueden afectar a la durabilidad y resistencia con la porosidad.

En el estudio de la durabilidad es importante conocer la posibilidad de penetración de los agentes agresivos a través de la red de poros y capilares. La Unión Internacional de Química Pura y Aplicada (IUPAC) clasifica a los poros en: micro-poros ($\phi < 2$ nm), meso-poros ($2 \text{ nm} < \phi < 50$ nm) y macro-poros ($\phi > 50$ nm). De todos ellos, son los mesoporos los que determinan en mayor medida el comportamiento frente a durabilidad por su mayor conexión.

1.1 Objetivos de la investigación

Esta investigación tiene dos objetivos principalmente. El primer objetivo es la adecuación de algunos de los cementos empleados en la confección de hormigones convencionales a la fabricación de HAC. Estos cementos, regulados por la Instrucción para la Recepción de Cementos (RC-07), deben incorporar los finos necesarios para conseguir mezclas con la fluidez y cohesión adecuadas a las características de los HAC, cumpliendo con los requisitos de resistencia mecánica y durabilidad de acuerdo al uso y ambiente en que serán empleados. El proyecto se centra en la obtención de hormigones de resistencia característica 30 N/mm², de modo que pequeñas modificaciones permitan conseguir HAC con resistencias características comprendidas entre 25 y 35 N/mm². El segundo objetivo es estudiar la porosidad de estos hormigones realizados y relacionarla con la permeabilidad al agua bajo presión y con la resistencia a compresión.

En este trabajo de investigación se han estudiado ocho tipos de cementos y, los criterios adoptados han sido los siguientes:

- La cantidad máxima de cemento a emplear sería de 300 kg/m³, pudiendo llegar excepcionalmente a 350 kg/m³.
- Tamaño máximo de árido: 16 mm.
- La cantidad máxima de partículas finas añadidas o filler (que pasan por el tamiz UNE 0,063 mm), incluidas las adicionadas al cemento, no debería superar los 250 kg/m³ de hormigón.
- Por razones de economía, la cantidad de aditivo a emplear debería reducirse a la menor posible.

2. CAMPAÑA EXPERIMENTAL

2.1. Materiales empleados

Se han utilizado los siguientes materiales:

Cemento

Los cementos empleados en el estudio han sido los siguientes: CEM I 42,5 R; CEM II A/V 42,5 N; CEM II A/S 42,5 N; Tipo I 42,5 R/SR; CEM II A/P 42,5 R; CEM II A/V 42,5 R; CEM II B/L 32,5 N; Tipo BL II A/L 42,5 R.

Áridos

El árido empleado ha sido arena silíceo de río y árido grueso rodado de naturaleza silíceo. El tamaño máximo del árido se ha fijado en 16 mm. El módulo granulométrico de la arena ha sido 3,70 y el del árido grueso de 6,66.

Adiciones

Se han empleado dos adiciones:

- Filler calizo. Se ha utilizado con todos los tipos de cementos.

- Ceniza volante, procedente de la Central Térmica de Andorra (Teruel). Se ha empleado únicamente con el cemento sulfo-resistente (Tipo I 42,5 R/SR).

La cantidad máxima de adición a añadir al HAC ha sido 250 kg/m³ de hormigón. Cuando el cemento empleado contenía adición inerte de tipo calizo (L) se ha contabilizado ésta como parte de la cantidad máxima de adición.

Aditivo

En todos los hormigones fabricados se ha empleado el mismo aditivo superplastificante, SIKA Viscocrete 3425, basado en policarboxilatos modificados en base acuosa. No se han empleado aditivos modificadores de viscosidad.

2.2. Fabricación de las probetas

En este estudio se han realizado ensayos previos con cada uno de los cementos empleados hasta encajar la dosificación adecuada que permitiese clasificar al hormigón como autocompactante de resistencia característica 30 N/mm². Los criterios para aceptar o rechazar las dosificaciones en función de los resultados de fluidez, cohesión y capacidad de paso, se fijaron a partir de la bibliografía consultada [3, 4, 5].

Una vez adoptada la dosificación idónea para cada cemento utilizado, se confeccionó una amasada para cada dosificación y se hormigonaron probetas cilíndricas de 15 ϕ x 30 cm para la realización de ensayos a compresión, módulo de elasticidad, tracción indirecta, penetración de agua a presión y ensayo de porosimetría.

2.3. Ensayos realizados del hormigón en estado fresco

Los ensayos realizados fueron tres: extensión de flujo (UNE-EN 83361:2007), caja en L (UNE-EN 83363:2007) y embudo V (UNE-EN 83364:2007), siempre en el mismo orden.

2.4. Ensayos realizados del hormigón endurecido

A las edades de 7, 28 y 91 días, desde la fecha de confección del hormigón, se procedió a la realización de los ensayos de hormigón endurecido. Estos consistieron en resistencia a compresión (UNE-EN 12390-3:2003), módulo de elasticidad (UNE-UNE 83316:1996), resistencia a tracción indirecta (UNE-EN 12390-6:2001) y penetración de agua a presión (UNE-EN 12390-8), pero este último ensayo solamente se realizó a la edad de 91 días.

2.5. Ensayo de porosimetría

Los ensayos de porosimetría por intrusión de mercurio se llevaron a cabo con un porosímetro modelo Autopore IV 9500, de Micromeritics, que opera hasta una presión

de 33.000 psi (228 MPa) y cuyo rango de medida de diámetro de poro es de 0,006 hasta 175 μm .

Los ensayos se realizaron a los 91 días de edad de las muestras. Los ensayos se han efectuado de acuerdo con la norma ASTM D4404-84 (2004).

Aunque no existe consenso entre los investigadores respecto a cuáles deben ser las condiciones de preparación de la muestra, en nuestro caso el tratamiento previo elegido ha consistido en el secado de la misma a una temperatura de 40°C, hasta peso constante, y, en la posterior desgasificación durante 30 minutos mediante bomba de vacío.

3. RESULTADOS

3.1. Dosificaciones adoptadas para los hormigones

Las Tablas 1 y 2 presentan las dosificaciones empleadas para cada uno de los hormigones estudiados. Corresponden a 1 m³ de hormigón, y las mismas han permitido obtener, en general, hormigones de resistencia característica superior a 30 N/mm² que cumplen con los requisitos de HAC en estado fresco.

Tabla 1. Dosificaciones propuestas (I).

Hormigón	1	2	3	4	5
Tipo de cemento	I 42,5 R/SR	CEM II A/V 42,5 N	CEM II A/V 42,5 R	CEM I 42,5 R	I 42,5 R/SR
Adición	Ceniza volante	Filler calizo	Filler calizo	Filler calizo	Filler calizo
Cemento (kg)	280	300	325	350	325
Adición (kg)	200	200	200	200	220
Agua (kg)	140	150	162	193	179
Arena (kg)	960	960	960	960	960
Grava (kg)	695	695	695	695	695
Aditivo (kg)	4,620 (1,65%)	3,900 (1,30%)	6,500 (2%)	7,350 (2,10%)	7,052 (2,17%)
a/c	0,50	0,50	0,50	0,55	0,55

Tabla 2. Dosificaciones propuestas (II).

Hormigón	6	7	8	9
Tipo de cemento	CEM II A/S 42,5 N	BL II A/L 42,5 R	CEM II A/P 42,5 R	CEM II B/L 32,5 N
Adición	Filler calizo	Filler calizo	Filler calizo	Filler calizo
Cemento (kg)	350	375	350	350
Adición (kg)	200	156	200	110
Agua (kg)	193	206	193	193
Arena (kg)	960	960	960	960
Grava (kg)	695	695	695	695
Aditivo (kg)	2,800 (0,80%)	4,312 (1,15%)	6,335 (1,81%)	6,650 (1,90%)
a/c	0,55	0,55	0,55	0,55

3.2. Resultados de los ensayos de hormigón en estado fresco

Las Tabla 3 y 4 muestran un resumen de los valores obtenidos en los ensayos de caracterización del HAC en estado fresco (extensión de flujo, embudo V y caja en L) para cada uno de los hormigones estudiados.

Tabla 3. Resultados de los ensayos de hormigón fresco (I).

Hormigón		1	2	3	4	5
Extensión de flujo	Tiempo (s)	2,5	4	3	3	4,8
	Diam. medio (cm)	75	70,5	69,3	65	70
Embudo V	Tiempo (s)	9	6	9	14	12
Caja en L	T ₆₀₀ (s)	5,8	3	6	3	3
	H ₂ / H ₁	0,75	0,80	0,71	0,63	0,76

Tabla 4. Resultados de los ensayos de hormigón fresco (II).

Hormigón		6	7	8	9
Extensión de flujo	Tiempo (s)	1,2	2	3	7
	Diam. medio (cm)	70	65,5	62,5	64
Embudo V	Tiempo (s)	5,5	8,5	10	13
Caja en L	T ₆₀₀ (s)	1,4	2	3	4
	H ₂ / H ₁	0,80	0,60	0,64	0,80

3.3. Resultados de los ensayos del hormigón endurecido

Las Figuras 1, 2 y 3 muestran los resultados de resistencia a compresión, módulo de elasticidad y resistencia a tracción indirecta (ensayo de brasileño) para cada hormigón. Los valores presentados corresponden al valor medio de 3 probetas ensayadas. En el caso del hormigón 9 solamente se realizaron ensayos de compresión, módulo de elasticidad y ensayo de tracción indirecta a 28 días y ensayo de compresión a 7 días.

Como se muestra en la Figura 1, el valor de la resistencia a compresión, a 28 días, varía aproximadamente entre 25 y 50 MPa.

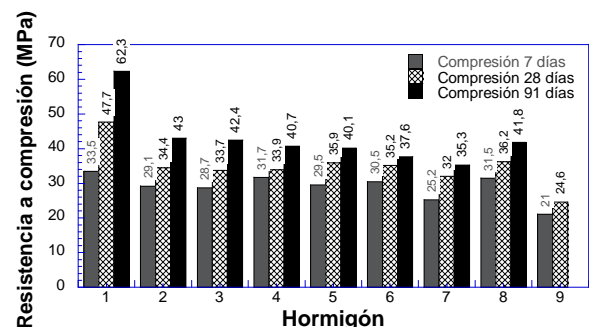


Figura 1. Resistencia a compresión.

Como se muestra en la Figura 2, el valor del módulo de elasticidad, a 28 días, se sitúa, aproximadamente, entre 23 y 36 GPa, dependiendo del tipo de hormigón.

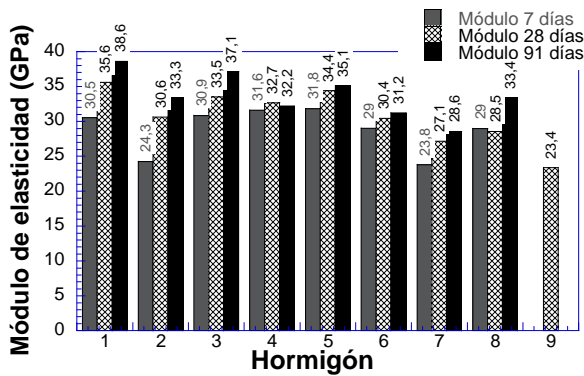


Figura 2. Módulo de elasticidad.

Como se muestra en la Figura 3, el valor del ensayo de tracción indirecta, a 28 días, presenta una menor dispersión que los anteriores ensayos situándose, aproximadamente, entre 3 y 4,5 MPa.

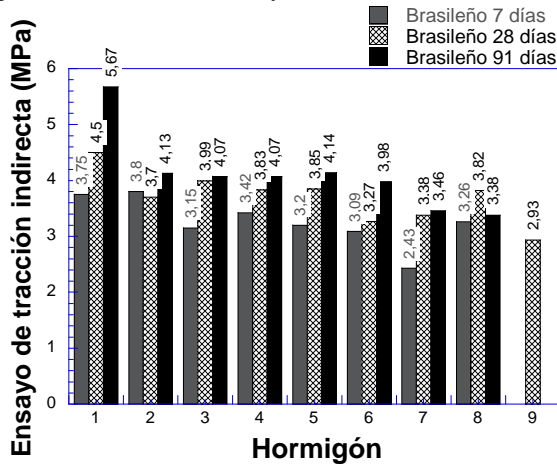


Figura 3. Resistencia a tracción indirecta.

3.3. Resultados de los ensayos de permeabilidad al agua y porosimetría por intrusión de mercurio

Estos ensayos no se han realizado con el hormigón 9 (CEM II B/L 32,5N) debido a que, a 28 días de edad, no se alcanza la resistencia solicitada.

En la Figura 4 se muestran los resultados de diámetro medio de poro (nm) y la profundidad máxima de penetración de agua (mm) para cada uno de los hormigones estudiados. Los valores corresponden al valor medio de 3 probetas ensayadas.

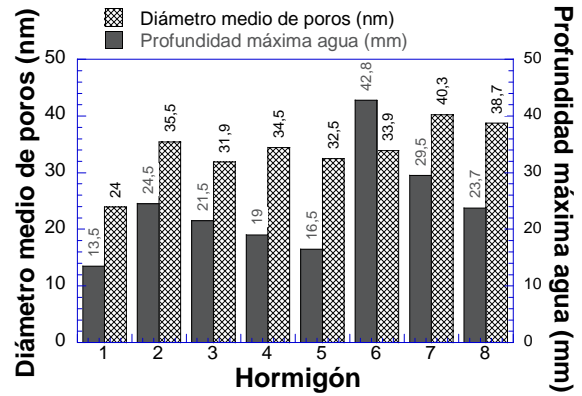


Figura 4. Diámetro medio de poro y permeabilidad al agua.

En la Figura 5 se puede observar el porcentaje de porosidad total y la resistencia a compresión a los 91 días de edad.

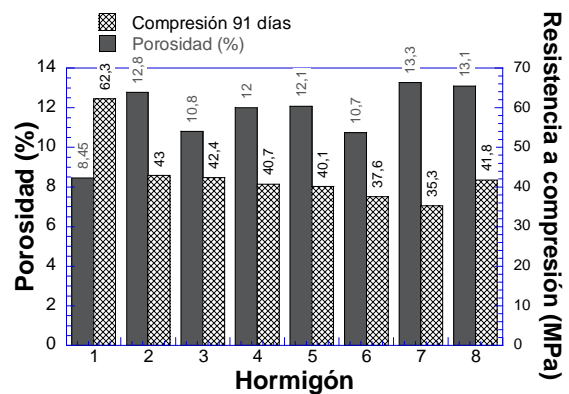


Figura 5. Porosidad total y resistencia a compresión a los 91 días.

La Figura 6 muestra la profundidad máxima de penetración de agua y la resistencia a compresión a los 91 días de edad.

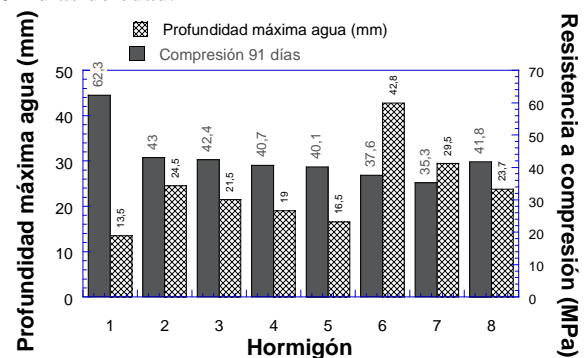


Figura 6. Penetración de agua a presión y resistencia a compresión a los 91 días.

En la Figura 7 se puede ver la distribución de poros en los hormigones estudiados.

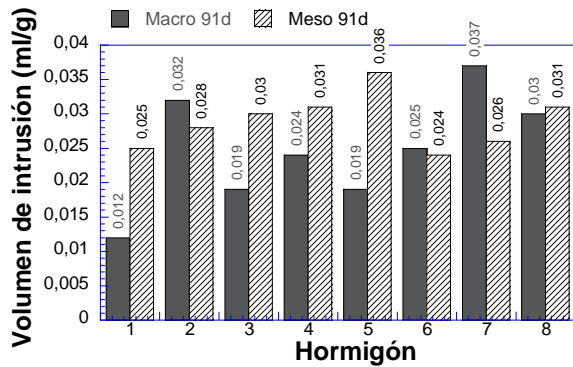


Figura 7. Distribución de poros por intrusión de mercurio a los 91 días de edad.

4. DISCUSIÓN DE RESULTADOS

Si se observan las Tablas 3 y 4, se ve que cuatro de los hormigones ensayados poseen un coeficiente de bloqueo en la caja en L por debajo del límite que se establece en el Anejo 17 de la EHE y ello se debe a que cuando se hicieron los ensayos no se disponía aún de dicho anejo, por lo que dicho límite se estableció de acuerdo con lo indicado en la bibliografía existente; así Gettu et al. [5, 6], comenta que con hormigones con coeficientes más bajos, hasta 0,60, se han obtenido resultados aceptables en aplicaciones estructurales (Tviksta [7]).

Se ha intentado ajustar las dosificaciones a un contenido de cemento inferior a 350 kg/m^3 de hormigón. En algunos casos se ha podido reducir esta cantidad, pero en otros no, al no alcanzarse la resistencia prevista de 30 N/mm^2 . La relación agua/cemento ha sido 0,55 a excepción de los tres primeros hormigones en los que se ha reducido a 0,50. La razón ha sido que con el resto de los cementos, si se reducía la relación agua/cemento había que añadir más de un 2% de aditivo y el hormigón perdía fluidez rápidamente con lo que no se cumplían las condiciones de autocompactabilidad.

En cuanto a los aditivos cabe indicar que en los ensayos que se han hecho con agentes modificadores de viscosidad, su empleo no ha mejorado apreciablemente el comportamiento de la masa fresca de hormigón, por lo que se ha desechado su uso, entre otras razones por economía. En cuanto al superplastificante, se ha observado que un contenido superior al 2% del peso de cemento provoca una pérdida de fluidez rápida del hormigón por lo que se ha intentado reducir su cantidad aproximadamente al 1,5%, aunque en algunos casos ha sido imposible y se ha tenido que llegar al 2%. Conviene destacar que se ha trabajado con un solo tipo de aditivo superplastificante, y que muy probablemente sea conveniente realizar pruebas complementarias que permitan adoptar el aditivo idóneo para cada cemento.

En cuanto a las propiedades mecánicas, cuando se usan adiciones activas, como las cenizas volantes, la resistencia a 28 días es mayor que en el resto de los

hormigones en los que se ha utilizado como adición filler calizo.

Con el cemento blanco estudiado se alcanza una resistencia a compresión a 28 días ligeramente superior a 30 N/mm^2 . La razón de esta resistencia más baja respecto a los hormigones hechos con otros cementos es que, aparte del filler calizo que se le añade para tener la fluidez necesaria, el propio cemento ya tiene incorporado un 25% de filler calizo.

Análogo razonamiento se hace para el cemento CEM II B-L 32,5 N, que apenas llega a los 25 N/mm^2 de resistencia a compresión a los 28 días, pero en este caso el cemento tiene un 40% de adición caliza. Aunque se han empleado 350 kg/m^3 de cemento, el aumento de la cantidad de cemento no ha mejorado la resistencia de forma significativa por lo que no parece viable obtener una resistencia media de 30 MPa. Probablemente habría que emplear más de 400 kg/m^3 de cemento o usar adiciones activas como las cenizas volantes.

Respecto a la durabilidad, el hormigón 1, que contiene 280 kg de cemento I 42,5 R/SR y una relación a/c 0,50, es el que presenta menor porosidad y permeabilidad al agua, y mayor resistencia a compresión (ensayos a los 91 días). En términos generales, los resultados obtenidos muestran un hormigón poco poroso, resistente y poco permeable. No sólo se ha obtenido una porosidad total pequeña, sino que también se ha reducido sensiblemente el tamaño del poro. Estos resultados corroboran que la adición de cenizas volantes crea centros de nucleación en los poros que aumenta la compacidad de la matriz y con ello dificulta la penetración del agua y de los agentes agresivos.

El resto de los hormigones, con adición de filler calizo, muestran diferencias significativas, tanto en resistencia a compresión como en permeabilidad, con respecto al hormigón con adición de cenizas volantes.

En todas las amasadas con filler calizo se obtuvo un diámetro medio de poro parecido, situándose en un rango que va desde 32 nm hasta 40 nm. Sin embargo, entre ellas existen diferencias importantes en cuanto a la profundidad de penetración de agua bajo presión, lo que muestra que el radio medio del poro no es el único parámetro que influye en la misma. El valor de la porosidad total y el porcentaje de macroporosidad pueden ser factores determinantes en este fenómeno.

Del mismo modo, la relación entre la profundidad de penetración de agua bajo presión y la resistencia a compresión no está completamente clara. Si bien se observa una tendencia general a disminuir dicha resistencia cuando aumenta la penetración. Este efecto, lógico, por otra parte, se presenta igualmente en los hormigones tradicionales. Los dos valores mayores de profundidad de penetración de agua los presentan los hormigones que han obtenido menores valores de resistencia: 6 y 7. El resto de ellos presentan resistencias similares entorno a los 40 MPa que no difieren en

ningún caso más del 10%. Sin embargo, los valores de profundidad de penetración de agua muestran valores claramente diferentes. En algunos casos las diferencias alcanzan el 80%.

Los valores de profundidad de penetración de agua se interpretan mejor si se comparan los valores de macroporosidad de los distintos hormigones. Así los hormigones 2, 7 y 8 presentan elevadas profundidades de penetración, destacando la penetración del 7 que muestra el mayor porcentaje de macroporos de las muestras estudiadas. Los resultados obtenidos muestran claramente que si bien todos los parámetros estudiados están relacionados y existe una clara conexión en los valores extremos, pequeñas variaciones de los mismos no afectan del mismo modo a todos los parámetros.

5. CONCLUSIONES

De los resultados obtenidos se pueden extraer las siguientes conclusiones:

- Respecto a los aditivos, hay que realizar pruebas de compatibilidad entre diferentes tipos de aditivos, si se usa más de un tipo, y entre el aditivo y el cemento, para así adoptar el aditivo más idóneo para cada tipo de cemento.
- Si se utiliza más de un 2% de aditivo superplastificante se produce una rápida pérdida de fluidez en el hormigón.
- Los cementos que tienen incorporado como adición complementaria filler calizo es más difícil conseguir resistencias medias, sin sobrepasar los 350 kg/m³ de cemento, respecto a otros cementos que no tienen filler calizo como adición complementaria.
- Cuando se utiliza como adición al hormigón cenizas volantes se obtiene una mejora en las características mecánicas, disminución de la porosidad y de la profundidad de penetración del agua, con respecto al empleo de filler calizo, es decir, el uso de las cenizas volantes como adición mejora las propiedades mecánicas y disminuye la permeabilidad de los HAC, lo que coincide con los hormigones convencionales.
- Del ensayo de penetración de agua se desprende que existe una tendencia generalizada a que la resistencia a compresión sea tanto menor cuanto mayor sea ésta. Para hormigones de resistencias a compresión similares el volumen de macroporos determina el comportamiento frente a gradientes hidráulicos.
- La porosidad total afecta a los valores de resistencia a compresión. A mayor valor de porosidad menor es esta resistencia. Tanto los valores de resistencia como los de porosidad presentan dispersiones en torno al 15% por lo que la relación observada está limitada a esta dispersión.

- El hormigón fabricado con un cemento tipo CEM II A/S 42,5N posee, frente a hormigones de igual resistencia fabricados con los otros tipos de cementos, una porosidad similar, pero con un radio medio de poro mayor que el que presentan estos, de aquí su mayor penetración al agua. Este hecho puede justificarse por la forma irregular de las escorias, lo que provoca un peor sellado de los poros.

Todo ello pone de manifiesto que el comportamiento frente a la penetración al agua a presión de los HAC está determinado no sólo por la dosificación del hormigón, que afecta a las propiedades reológicas y mecánicas, sino también al porcentaje de macroporos y a su distribución.

AGRADECIMIENTOS

Los autores desean agradecer al Instituto Español del Cemento y sus Aplicaciones (IECA) la financiación parcial de los ensayos realizados. Además agradecen al Ministerio de Educación y Ciencia la concesión del proyecto BIA 2005-09250-C03-02 y al Ministerio de Fomento el proyecto MFOM 2004/9.

Así mismo, E.B. Bermejo Núñez desea agradecer al Ministerio de Educación y Ciencia su beca FPI.

REFERENCIAS

- [1] Garrido Romero, L. (2006) Comportamiento estructural del hormigón autocompactante. Caracterización de propiedades mecánicas y análisis de durabilidad. *Jornada tècnica sobre aspectes pràctics del hormigó estructural*. IECA. Màlaga.
- [2] Fernández Gómez, F. y Burón Maestro, M. (2007) Determinación de las características mecánicas de un hormigón autocompactante H-30. *Cemento y Hormigón*, 903 pp. 52-65.
- [3] Fernández Gómez, F. y Burón Maestro, M. (2005) *Guía práctica para la utilización del hormigón autocompactante*. IECA.
- [4] EFCA, EFNARC. *The European Guidelines for Self-Compacting Concrete*. Mayo 2005.
- [5] Gettu, R. y Agulló, L. (2004) Estado del arte del hormigón autocompactable y su caracterización (Parte II) *Cemento y Hormigón*, 862 pp. 32-55.
- [6] Gettu, R. y Agulló, L. (2004) Estado del arte del hormigón autocompactante y su caracterización (Parte I) *Cemento y Hormigón*, 861 pp. 50-67.
- [7] Tviksta, L. *Guidelines, Report of Task 9: End Product, Rational Production and Improved Working Environment through using Self-Compacting Concrete*, Brite EuRam project BRPR-CT96-0366, pp. 48.

CARACTERIZACIÓN DE LA DURABILIDAD DEL HORMIGÓN SOMETIDO A CICLOS HIELO DESHIELO MEDIANTE MODELOS MICROMECAÑICOS

M. Acebes¹, Ghaida Al-Assadi², T. Sánchez³ y M. G. Hernández²

¹ Laboratorio de Ensayos Físico-Mecánicos y No Destructivos, CARTIF
Parque Tecnológico de Boecillo. Parcela 205. Valladolid 20018. España
E-mail: monace@cartif.es

² Departamento de Ingeniería Civil: Construcción, E.T.S.I. de Caminos, Canales y Puertos, UPM,
C/ Profesor Aranguren s/n, 28040 Madrid, España.
E-mail: ghaida@caminos.upm.es mglezhdez@caminos.upm.es

³ Departamento de Sistemas, Instituto de Automática Industrial, CSIC
Carretera Campo Real km 0,200, La Poveda. Arganda del Rey, 28500 Madrid, España.
E-mail: teresa@iai.csic.es

RESUMEN

En este trabajo se exponen los resultados previos de la caracterización de la durabilidad del hormigón frente a los ciclos hielo-deshielo mediante la micromecánica. Los modelos micromecánicos permiten estudiar las propiedades globales del material en función de las propiedades microestructurales de las fases constituyentes: propiedades elásticas, fracción de volumen, distribución y orientación de las heterogeneidades así como su geometría. El trabajo se divide en dos partes, un estudio teórico y una posterior validación experimental. En el estudio teórico se aborda el comportamiento de la velocidad a partir de la variación de las características microestructurales por este tipo de deterioro. Estas predicciones se han comparado con las medidas de velocidad ultrasónica, mostrando buenos resultados.

ABSTRACT

In this paper we describe several preliminary results of the characterization of the durability of concrete subjected to freezing and thawing using micromechanics. Micromechanical models allow studying the global properties of the materials according to the microstructural properties of the constituent phases: elastic properties, volume fraction, distribution and orientation of heterogeneities and their geometry. The paper is divided in two parts, a theoretical study and the corresponding experimental validation. The former shows the behaviour of the velocity varying the microstructural characteristics due to this type of deterioration. These predictions have been compared with ultrasonic velocity measurements showing good results.

PALABRAS CLAVE: ciclos hielo-deshielo, ultrasonidos, modelos micromecánicos

1. INTRODUCCIÓN

El daño provocado por los ciclos hielo-deshielo es uno de los principales problemas que presentan los hormigones en climas fríos. Las grietas y los desconchados (fisuras) son las consecuencias más comunes de los daños por dichos ciclos. El objetivo de este trabajo es caracterizar el grado de degradación del hormigón mediante una técnica no destructiva.

El método no destructivo normalizado más usado para medir el daño del hormigón durante los ciclos hielo-deshielo, es el método de resonancia [1]. Recientemente, el comité RILEM ha publicado unas recomendaciones [2] para determinar la resistencia del hormigón a los daños internos producidos durante la congelación. Para eso ha recomendado dos métodos A y

B, el método A es el de resonancia, anteriormente mencionado, y el método B esta basado en la propagación de las ondas ultrasónicas. Son numerosos los trabajos publicados [3,4] en donde a partir de la medida de la velocidad se calcula el módulo de elasticidad dinámico, evaluando de esta forma el factor de durabilidad y por consiguiente el daño producido a medida que aumentan los ciclos de hielo-deshielo.

Cuando pretendemos usar la velocidad ultrasónica para la caracterización cuantitativa de la microestructura, es necesario un conocimiento detallado de la relación existente entre las propiedades de las fases y las propiedades globales del material. Esto puede ser logrado con la ayuda de la micromecánica del compuesto, que permite calcular el tensor de constantes elásticas a partir de las propiedades microestructurales:

propiedades elásticas, tamaño, geometría y orientación de las fases. Estos modelos permiten establecer una relación entre la velocidad ultrasónica y las características microestructurales del compuesto, y están basados en la teoría de Mori-Tanaka [5] y en el principio de la inclusión equivalente de Eshelby [6].

El equipo investigador de este proyecto lleva varios años trabajando en la aplicación de la micromecánica a la caracterización de materiales cementicios. En Hernández et al [7], se utilizó un modelo bifásico para evaluar el contenido de agua presente en los poros de la pasta de cemento, logrando una predicción con un error inferior al 2%. Mientras que en [8] se formuló y desarrolló un modelo trifásico que ha permitido, utilizando la medida de la velocidad ultrasónica, estimar la porosidad en una serie limitada de probetas de mortero con un error medio del 10% [9], así como caracterizar la degradación acelerada de morteros sumergidos en nitrato de amonio, logrando predecir el comportamiento de la porosidad con un error medio inferior al 5% [10].

En este trabajo se plantea la extensión del citado modelo, así como su aplicación para la caracterización del daño por ciclos hielo deshielo en hormigones. La presencia de inclusiones heterogéneas como los poros o microgrietas afecta a las propiedades mecánicas y físicas del material. El grado de cambio de estas propiedades dependerá de características tales como la fracción de volumen, geometría y orientación de las inclusiones.

2. MODELO MICROMECAÍNICO TETRAFÁSICO

Consideremos un material heterogéneo, formado por una matriz y diferentes tipos de inclusiones, al cual se le aplica una fuerza o deformación. A partir de las formulaciones de los modelos bifásico y trifásico expuestos en [7, 8], se ha observado que las propiedades elásticas del material heterogéneo son función de las propiedades elásticas, fracciones de volumen y distribución de orientaciones de las fases constituyentes.

Si consideramos que no hay interacción entre los tipos de inclusiones y que la interacción sólo se produce entre la matriz y las inclusiones, el tensor de constantes elásticas para materiales con cuatro fases [12] viene dado por la expresión (1):

$$C = C^m + \sum_{i=1}^3 v^i (C^i - C^m) \langle T^i \rangle \left[v^m I + \sum_{i=1}^3 v^i \langle T^i \rangle \right]^{-1} \quad (1)$$

donde C representa el tensor de constantes elásticas, v la fracción de volumen y T es el Tensor de Wu [11] de cuarto orden, el cual tiene en cuenta la geometría, distribución y orientación de las inclusiones. Los subíndices 'i' denotan los diferentes tipos de inclusiones y 'm' la matriz.

2.1. Aplicación del modelo a materiales cementicios.

Consideremos el material cementicio compuesto de una matriz sólida (pasta de cemento) y tres tipos de inclusiones: agregados, poros y microgrietas. Si suponemos que todas las fases son isotrópicas, el tensor C se reduce a dos constantes elásticas independientes: C_{1111} y C_{2323} . Dichas constantes en notación reducida se expresan como C_{11} y C_{44} (2, 3):

$$C_{11} = C_{11}^m + \frac{v^a [C_{11}^a - C_{11}^m - \frac{4}{3}(C_{11}^a - C_{11}^m)] \langle T_{1111}^a \rangle + 2 \langle T_{1122}^a \rangle}{v^m + v^a \langle T^a \rangle + v^p \langle T^p \rangle + v^w \langle T^w \rangle} + \frac{v^p [C_{11}^p - C_{11}^m - \frac{4}{3}(C_{11}^p - C_{11}^m)] \langle T_{1111}^p \rangle + 2 \langle T_{1122}^p \rangle}{v^m + v^a \langle T^a \rangle + v^p \langle T^p \rangle + v^w \langle T^w \rangle} + \frac{v^w [C_{11}^w - C_{11}^m - \frac{4}{3}(C_{11}^w - C_{11}^m)] \langle T_{1111}^w \rangle + 2 \langle T_{1122}^w \rangle}{v^m + v^a \langle T^a \rangle + v^p \langle T^p \rangle + v^w \langle T^w \rangle} \quad (2)$$

$$+ \frac{\frac{8}{3} v^a (C_{44}^a - C_{44}^m) \langle T_{1212}^a \rangle + \frac{8}{3} v^p (C_{44}^p - C_{44}^m) \langle T_{1212}^p \rangle}{v^m + 2v^a \langle T_{1212}^a \rangle + 2v^p \langle T_{1212}^p \rangle + 2v^w \langle T_{1212}^w \rangle} + \frac{\frac{8}{3} v^w (C_{44}^w - C_{44}^m) \langle T_{1212}^w \rangle}{v^m + 2v^a \langle T_{1212}^a \rangle + 2v^p \langle T_{1212}^p \rangle + 2v^w \langle T_{1212}^w \rangle}$$

$$C_{44} = C_{44}^m + \frac{v^a (C_{44}^a - C_{44}^m) 2 \cdot \langle T_{1212}^a \rangle + v^p (C_{44}^p - C_{44}^m) 2 \cdot \langle T_{1212}^p \rangle}{v^m + 2v^a \langle T_{1212}^a \rangle + 2v^p \langle T_{1212}^p \rangle + 2v^w \langle T_{1212}^w \rangle} + \frac{v^w (C_{44}^w - C_{44}^m) 2 \cdot \langle T_{1212}^w \rangle}{v^m + 2v^a \langle T_{1212}^a \rangle + 2v^p \langle T_{1212}^p \rangle + 2v^w \langle T_{1212}^w \rangle} \quad (3)$$

Los subíndices a, p y w se refieren a los agregados, poros y microgrietas respectivamente. T_{ijkl} son las componentes de T , las cuales se pueden calcular según [11]. A su vez C_{11} y C_{44} están relacionadas con las velocidades ultrasónicas longitudinal y transversal por las expresiones (4):

$$V_l = \sqrt{\frac{C_{11}}{\rho}} \quad V_t = \sqrt{\frac{C_{44}}{\rho}} \quad (4)$$

En estas expresiones ρ denota la densidad del compuesto que es función de las densidades y fracciones de volumen de las fases constituyentes.

2.2. Geometría de las inclusiones.

En el modelo micromecánico la información relativa a la geometría de las inclusiones está implícita en el tensor de Wu, más concretamente en el tensor de Eshelby S , el cual describe las inclusiones generalmente por un elipsoide. Las componentes de T en coordenadas globales pueden ser calculadas usando la transformación de tensores usual, a partir de T' , que en coordenadas locales viene dado por (5):

$$T' = \left[I + S(C^m)^{-1}(C^i - C^m) \right]^{-1} \quad (5)$$

Para una matriz isotrópica, el tensor S está dado por la relación de Poisson de la matriz y por la relación de aspecto α o tamaño relativo de los tres ejes de la inclusión a_1 , a_2 y a_3 , según se muestra en la figura 1. Las expresiones para el cálculo de S se pueden encontrar en [13].

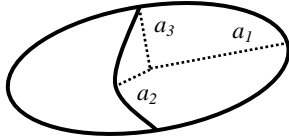


Figura 1. Elipsoide que describe la forma general de las inclusiones

En este trabajo la geometría de las inclusiones será modelada por un esferoide, que caracterizaremos por su relación de aspecto. Si definimos la relación de aspecto como la relación entre el eje desigual y los dos ejes coincidentes, para $\alpha = a_3/a_1 < 1$ obtendremos un esferoide lenticular, para $\alpha = a_1/a_3 > 1$ un esferoide oblongo, y finalmente $\alpha = 1$ representa a las inclusiones esféricas. La relación de aspecto es el parámetro que nos aportará la información acerca de la presencia o no de microgrietas en el hormigón.

2.3. Influencia de la geometría de las inclusiones en la velocidad de las ondas ultrasónicas.

Tal como hemos dicho, consideramos el hormigón formado por la matriz de pasta de cemento no porosa y tres tipos de inclusiones, agregados y dos fases no sólidas (poros y/o microgrietas). La forma de distinguir los poros de las microgrietas es a través de la relación de aspecto, ya que los poros de aire ocluido se pueden considerar esféricos ($\alpha = 1$), los poros capilares se modelan como cilindros alargados ($\alpha > 1$) y las microgrietas se pueden modelar como planos circulares ($\alpha \rightarrow 0$).

A partir del modelo tetrafásico expuesto anteriormente, se evaluará la influencia de la geometría de las microgrietas en la velocidad de las ondas ultrasónicas. Para esto consideraremos que las microgrietas tienen una relación de aspecto inferior a 0.5.

Para evaluar el comportamiento de la velocidad longitudinal con la relación de aspecto de las fases no sólidas, consideramos que las propiedades elásticas y densidad de la matriz no porosa son conocidas. Los agregados finos y gruesos los modelaremos como una fase promedio [12] con propiedades elásticas conocidas y geometría esférica; mientras que consideraremos que los poros y microgrietas se encuentran completamente llenos de agua y distribuidos aleatoriamente dentro de la matriz, tabla 1.

Tabla 1. Propiedades de las fases constituyentes.

	C_{11} (GPa)	C_{44} (GPa)	ρ (kg/m ³)
Matriz (m)	40	13	1900
Agregados (a)	86	28	2600
Poros con agua (p)	2.2	0	1000

Para la simulación hemos considerado que tenemos un hormigón con una porosidad inicial del 8%, al cual le hemos ido añadiendo microgrietas en diferentes proporciones y relaciones de aspecto.

En la figura 2 se muestra la influencia de la relación de aspecto y la fracción de volumen de las microgrietas en la velocidad longitudinal. Se puede observar como, incluso con porcentajes pequeños de microgrietas, la disminución de la velocidad puede ser importante entre 400 m/s y 1000 m/s, si disminuye la relación de aspecto.

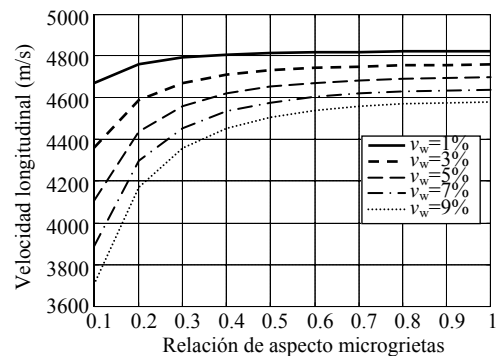


Figura 2. Efecto de la relación de aspecto y volumen de las microgrietas en la velocidad.

Si bien, al ser un modelo micromecánico, el tamaño de las diferentes inclusiones no está contemplado, una disminución de la relación de aspecto está directamente relacionada con la progresión del tamaño de las microgrietas que se produce en la realidad en los ciclos de hielo-deshielo. Por consiguiente el modelo presentado puede ser útil para caracterizar esta progresión y evaluar los daños producidos por este tipo de proceso.

3. DESCRIPCIÓN EXPERIMENTAL

Para la validación experimental se han fabricado probetas normalizadas de hormigón H30 con y sin aireantes, y se han sometido a 300 ciclos hielo-deshielo. Las medidas no destructivas de velocidad ultrasónica se han realizado antes, durante y al finalizar los ciclos. En este trabajo sólo se van a mostrar los resultados obtenidos en el hormigón sin aireantes ya que presenta mayores daños y por tanto es más adecuado para validar el método expuesto. La dosificación de estas probetas se muestra en la tabla 2.

Tabla 2. Dosificación del hormigón

Material	Cantidad/m ³
Cemento (kg)	381.1
a/c	0.5
Arena (kg)	879.99
Áridos (kg)	936.4
Agua (litros)	190.55
Superplastificante %	0.60%

Para estudiar experimentalmente la influencia de las microgrietas en la velocidad, evaluando su relación de aspecto se siguió la siguiente metodología: medida de la velocidad ultrasónica, aplicación del modelo tetrafásico y comparación de los resultados experimentales con el estudio teórico del modelo.

3.1. Medida de la velocidad ultrasónica.

Para la caracterización del hormigón mediante ensayos no destructivos por ultrasonidos se ha utilizado la medida de la velocidad de las ondas ultrasónicas, las cuales se han realizado antes y después de los ciclos hielo-deshielo.

Las medidas se han realizado mediante un sistema automatizado de barrido con las probetas sumergidas en agua. Se ha utilizado un sistema SENDAS para la generación y recepción de las señales ultrasónicas.

Se han realizado dos inspecciones en transmisión, una en sentido radial y otra en sentido axial. El barrido en dirección radial se realizó con una rejilla de 2mm en altura y una separación entre radios de 5°, mientras que para la inspección en el sentido axial se empleó una rejilla de 4x4mm. Las inspecciones se han llevado a cabo empleando transductores Panametrics de banda ancha de 500 kHz, emitiendo en modo longitudinal, con una frecuencia de muestreo de 20 MHz y se ha utilizado el algoritmo de doble cruce por cero para determinar el tiempo de vuelo de la señal ultrasónica [12]. La velocidad longitudinal en inmersión se determina como:

$$V_L = \frac{X_c}{t_c - t_{agua} + \frac{X_c}{V_{agua}}} \quad (7)$$

donde X_c indica las dimensiones de la probeta, t_c el tiempo de vuelo a través de la muestra, t_{agua} el tiempo de vuelo en agua (sin la muestra) y V_{agua} la velocidad en agua a la temperatura de inspección (1420 m/s).

4. RESULTADOS Y DISCUSIÓN

4.1. Resultados de la medida de la velocidad.

Cuando las ondas ultrasónicas atraviesan un material muy dañado sufren una alta atenuación y puede que incluso no logren atravesar la probeta. Con los sistemas

habituales de medida de velocidad ultrasónica en hormigón no se puede detectar fácilmente el grado y localización del daño en el material. Sin embargo con el tipo de inspección realizado es fácil detectar las zonas muy dañadas como se puede ver en la figura 3 (zona azul $V < 4.3\text{km/s}$).

La tabla 3 muestra las velocidades medias, en sentido radial, en las zonas donde atraviesa el sonido de 6 probetas de hormigón, antes y después de los ciclos hielo-deshielo. Se puede apreciar que todas las probetas no se han deteriorado por igual, así como que el daño en las probetas degradadas provoca una disminución de la velocidad de 400 m/s, en el peor de los casos.

Tabla 3. Velocidades medias radiales de las probetas de hormigón, antes (A) y después (D) de los ciclos.

	1	2	3	4	5	6
A	4696	4706	4723	4720	4718	4726
D	4691	4564	4351	4546	4640	4530

Para profundizar en el estudio del daño por ciclos hielo-deshielo se ha seleccionado la probeta 2. En la figura 3 se presentan los mapas de velocidad ultrasónica, en falso color, de la probeta antes y después de los ciclos. El color de las caras superior e inferior nos indica el daño que ha provocado los ciclos hielo – deshielo.

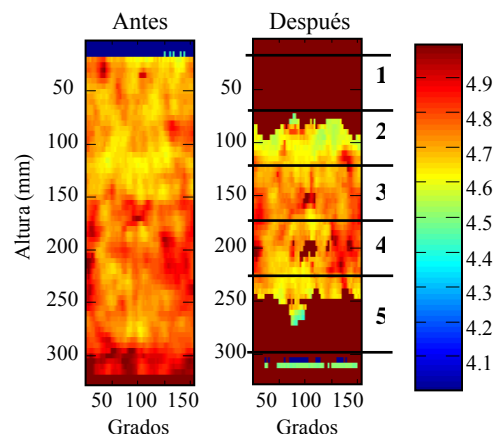


Figura 3. Mapa de velocidad radial (en km/s) de la probeta 2, antes y después de los ciclos.

La probeta se ha cortado en 5 rodajas y en cada una se ha hecho nuevamente la inspección ultrasónica en transmisión, pero en este caso en sentido axial, con objeto de caracterizar y localizar mejor el daño en las

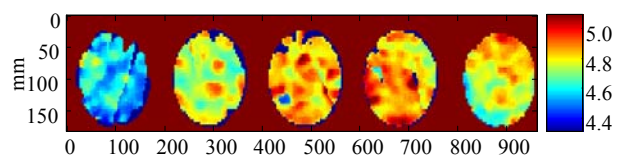


Figura 4. Mapa de velocidad axial (en km/s) de los cortes de la probeta, 2 después de los ciclos.

diferentes zonas.

A partir de los mapas de velocidad se ha determinado la velocidad media de los cortes que se muestran en la tabla 4. Se puede observar una considerable disminución de la velocidad en el corte 1 frente al resto de la probeta, mientras que en los restantes cortes ha aumentado velocidad con respecto a la velocidad radial. La causa de esta diferencia entre las velocidades ultrasónicas en sentido radial y axial es porque en la inspección radial la influencia de la zona exterior de la probeta, la más dañada, es mayor.

Tabla 4. Velocidades medias (m/s) en las diferentes zonas de la probeta 2.

1	2	3	4	5
4574	4748	4850	4860	4788

4.2. Aplicación del modelo tetrafásico.

Para aplicar el modelo tetrafásico a las probetas hormigón se hacen las simplificaciones indicadas con anterioridad: material tetrafásico (matriz de pasta de cemento y tres tipos de heterogeneidades: agregados poros, microgrietas), modelamos los poros como cilindros circulares alargados y los agregados como esferas, ambos distribuidos aleatoriamente en la matriz. Con este dato, podemos establecer la solución de Eshelby para el tensor \mathbf{S} y calcular el tensor \mathbf{T} .

Las constantes elásticas de la pasta de cemento sin poros se calcularon a partir de la metodología descrita en [8] y las propiedades de los agregados son las indicadas en la tabla 1.

A partir de las dosificaciones y la porosidad medida en la probeta mediante porosimetría de mercurio antes de empezar los ciclos, se determinaron las fracciones de volumen de los agregados y poros, que eran 0.69 y 0.08, respectivamente. El volumen de microgrietas y su geometría se varió de forma análoga al estudio teórico.

Para evaluar la presencia de microgrietas en el hormigón compararemos las velocidades medidas en la probeta con el estudio teórico realizado anteriormente.

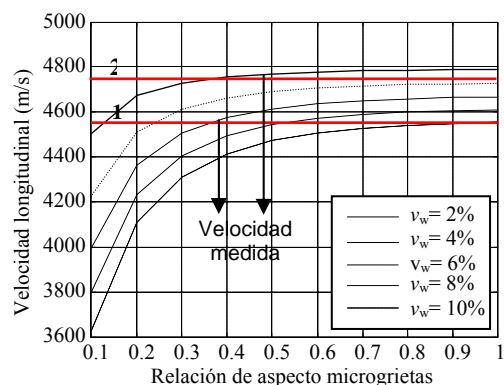


Figura 5. Velocidad longitudinal vs fracción de volumen de microgrietas.

En la figura 5 se muestra la relación entre la velocidad teórica obtenida a partir del modelo tetrafásico y las velocidades medidas en las capas más dañadas 1 y 2.

Utilizando sólo la velocidad longitudinal según los resultados mostrados en la figura 5, no se puede determinar exactamente cual es el volumen y la relación de aspecto de las microgrietas producidas. Sin embargo sí es posible determinar el daño máximo producido. Por ejemplo en la capa 2 el volumen de microgrietas será inferior al 2 % y con relaciones de aspecto inferiores a 0.4, mientras que para la capa 1, la más dañada, la proporción será inferior al 8 % y con relación de aspecto inferior 0.4.

5. CONCLUSIONES

En este trabajo se han presentado los resultados preliminares de un estudio acerca de la influencia de las características microestructurales de las microgrietas en las propiedades globales del hormigón mediante técnicas ultrasónicas. Este estudio se realizó estableciendo la relación entre la velocidad ultrasónica y el modelo tetrafásico.

El parámetro microestructural que nos ha permitido evaluar las microgrietas ha sido la relación de aspecto.

Los resultados son alentadores pero no concluyentes y se impone realizar un estudio más profundo así como utilizar de manera combinada otros ensayos no destructivos que nos permitan cuantificar más exactamente la proporción y tamaño de las microgrietas producidas en este tipo de deterioro.

AGRADECIMIENTOS

Esta investigación esta subvencionada por el Ministerio de Educación y Ciencia y el Ministerio de Fomento dentro de los proyectos BIA 2006-15188-C03-01, C14/2006 y FOM 01/07, respectivamente. La Dra. Margarita González Hernández agradece la subvención del contrato postdoctoral CSIC-I3P, financiado por los Fondos Sociales Europeos.

REFERENCIAS

- [1] ASTM C 666-84. Standard Test Method for Resistance of Concrete to Rapid Freezing and Thawing.
- [2] TC 117-FDC: Freeze – Thaw and de-icing resistance of concrete. CDF Test: Test method for the freeze-thaw resistance of concrete – test with sodium chloride solution. Recommendation.
- [3] Vesa Penttala. Surface and internal deterioration of concrete due to saline and non-saline freeze-thaw

loads. *Cement and Concrete Research Vol. 36* pp.921-928, 2006.

- [4] Kaufmann, J. Experimental identification of ice formation in small concrete pores. *Cement and Concrete Research Vol. 34*, pp. 1421-1427, 2004.
- [5] Mori, T. and Tanaka, K. Average stress in matrix and average elastic energy of materials with misfitting inclusions. *Acta Metallurgical, Vol. 21*, N° 5, pp. 571-574. 1973.
- [6] Eshelby, J.D. The determination of the elastic field of an ellipsoidal inclusion, and related problems. *Proc. Royal Society London, A241*, pp. 376-396, 1957.
- [7] Hernández, M.G. et al. Effect of the fluid in the inclusions of cement paste on the ultrasonic velocity. *Ultrasonics Vol. 42*, pp. 865-869, 2004.
- [8] Hernández, M.G. et al. Formulation of a new micromechanic model of three phases for ultrasonic characterization of cement-based material. *Cement and Concrete Research Vol. 36* pp. 609-616, 2006.
- [9] Hernández, M.G. et al. Application of a micromechanical model of three phases to estimating the porosity of mortar by ultrasound. *Cement and Concrete Research Vol. 36* pp. 617-624, 2006.
- [10] Hernández, M.G. et al. Porosity estimation of aged mortar using a micromechanical model. *Ultrasonics Vol. 44*, pp. e1007-e1011, 2006.
- [11] Wu, T. The effect on inclusion shape on the elastic moduli of a two phase material. *International Journal of Solids Structure, Vol. 2*, pp. 1-8, 1966.
- [12] M. Acebes Pascual. *Estudio y extensión de un modelo micromecánico trifásico para la caracterización ultrasónica de materiales compuestos*. Tesis Doctoral, 252 páginas. UPM, 2007.
- [13] Mura, Toshio. *Micromechanics of defects in solids*. 2nd edition. Martinus Nijhoff Publishers. Dordrecht, The Netherlands, 1987.

ALTERACIÓN DE LAS PRESTACIONES MECÁNICAS DE LAS ARMADURAS POR EXPOSICIÓN A ELEVADAS TEMPERATURAS.

C. Alonso¹, C. Bouteloup², M. Sanchez¹ y F.J. Recio

¹ Instituto de Ciencias de la Construcción “Eduardo Torroja”
C/ Serrano Galvache 4, 28033, Madrid, Spain
mcalonso@ietcc.csic.es

² Ecole Nationale des Ponts et Chaussées. France

RESUMEN

El trabajo hace una revisión y análisis del efecto de las elevadas temperaturas sobre las armaduras. Se estudia la dispersión en la variación de propiedades sobre los distintos parámetros mecánicos que caracterizan a la armadura en función de la temperatura de exposición, tomando como partida datos de la literatura, procedentes tanto de ensayos sobre armaduras a alta temperatura (AT), como tras el enfriamiento, valores residuales, (R). A partir de la aplicación de un análisis estadístico se evalúa el efecto de estos parámetros sobre el riesgo asociado a la pérdida de las propiedades mecánicas de las armaduras por exposición al fuego. Adicionalmente, se realiza un estudio experimental sobre el efecto del diámetro en la respuesta de la armadura. Los resultados del análisis concuerdan con los valores de la bibliografía y los códigos (valores nominales) en cuanto a su tendencia en el comportamiento en función de la temperatura, pero estos son en general más conservadores que los datos experimentales. Existe una dispersión importante de valores para condiciones similares de exposición, que varía según el tipo de parámetro estudiado, que no puede ser atribuida a diferencias en el diámetro de la armadura; sin embargo las características del tipo de acero contribuyen a acrecentar estas dispersiones. Finalmente se ha encontrado que es posible establecer una función de correlación entre las propiedades determinadas a alta temperatura y que se podría predecir el comportamiento durante el desarrollo del incendio (AT) a partir de propiedades mecánicas residuales obtenidas tras el enfriamiento.

ABSTRACT

A literature review of the performance of reinforcement at high temperature is evaluated with respect to different mechanical parameters. Results at high temperature (AT) and after cooling, residual (R) are considered. A preliminary statistical approach is carried out to define the dispersion of the data for similar testing conditions. The influence of the type of steel is considered in passive rebar and active rebar, prestressed reinforcement. Additionally experimental work is performed to evaluate the effect of the temperature on the diameter of the reinforcement. The results show that literature data do not always agree with construction code data, being these last more conservative. The dispersion within identical temperature conditions can not be attributed to the diameter of the reinforcement, being more influencing the composition of the steel. Relationships between data at high temperature and residual have been found that could allow predicting from residual mechanical properties of reinforcements, their performance during fire developing.

PALABRAS CLAVE: Armaduras, Alta Temperatura, Dispersión, Parámetros Mecánicos

1. INTRODUCCIÓN

Los desastres ocurridos en los últimos años como consecuencia del fuego sobre estructuras de hormigón armado, llevan a considerar la importancia de valorar adecuadamente este tipo de acción que puede poner en riesgo la seguridad de las mismas. La acción del fuego sobre una estructura va a afectar notablemente a su vulnerabilidad y comportamiento estructural, tanto durante el incendio como en la situación post-incendio, en el enfriamiento.

A pesar de que se considera que el hormigón armado presenta una resistencia aceptable frente al fuego, su exposición prolongada a elevadas temperaturas lleva asociada una importante pérdida de prestaciones mecánicas. Dicha pérdida de propiedades se extiende no solo al recubrimiento de hormigón, sino también a las armaduras [1,2], a la vez que falla la adherencia hormigón/armadura [3].

Las elevadas temperaturas que se pueden desarrollar durante un incendio suficientemente prolongado, pueden alcanzar el nivel de la armadura y afectar a sus

propiedades mecánicas, que se manifiestan en pérdidas de la resistencia mecánica, al tiempo que se ve afectada la ductilidad del acero [4-16]. Una revisión bibliográfica como la realizada para el presente trabajo ha permitido poner de manifiesto los escasos datos experimentales publicados; siendo más escasos aún los trabajos realizados en los últimos 15 años. Por otro lado los propios códigos han adoptado los mismos valores nominales en las sucesivas actualizaciones.

Modificaciones en las características del acero, tipo de acero (composición y propiedades mecánicas) parecen influir en la respuesta del mismo a las altas temperaturas. Así, la respuesta de los aceros de pretensado frente a la acción del fuego es más crítica, ya que sus propiedades mecánicas se ven afectadas a temperaturas inferiores, aunque el número de datos publicado es aún mas escaso [16].

En el presente trabajo se ha tratado de evaluar la dispersión en la respuesta mecánica frente a la acción de las altas temperaturas de armaduras de acero teniendo en cuenta el tipo de acero y el diámetro de la armadura

2. DISPERSION EN LA RESPUESTA MECANICA DE LAS ARMADURAS A ALTAS TEMPERATURAS. INFLUENCIA DEL TIPO DE ACERO

La exposición de las armaduras, tanto para aceros pasivos como para aceros activos, a elevadas temperaturas implica una pérdida progresiva de sus propiedades mecánicas al aumentar la temperatura de exposición. Esta pérdida de las propiedades mecánicas se manifiesta en parámetros como: la carga máxima (f), el límite elástico (σ_y), el módulo de Young (E) o el alargamiento (ϵ).

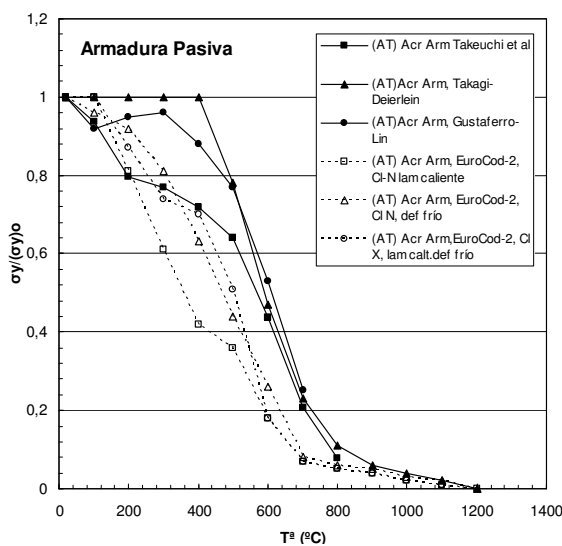


Figura 1. Variación del límite elástico a alta temperatura, según a bibliografía, para armaduras pasivas.

En general para el acero pasivo, los datos de la bibliografía [7,8, 13,15 16] indican una conservación de la mayor parte de sus propiedades hasta temperaturas entre 400 y 500 $^\circ\text{C}$, en particular la f_{max} , siendo mas sensible en el caso del límite elástico como se aprecia en la figura 1. Aunque algunos autores, como [7], presentan datos con pérdidas significativas a menores temperaturas, posiblemente asociado con el hecho de que ha empleado aceros mecanizados a los que han eliminado la corruga.

Por otro lado, los códigos que, toman valores nominales, son más restrictivos en general y presentan pérdidas de hasta el 50% a 400 $^\circ\text{C}$. Es destacable que en la reducción de propiedades influye el tipo de acero, bien sea laminado en caliente, que es mas sensible que el deformado en frío, posiblemente asociado, en parte, con cambios en la microestructura del material tras el tratamiento.

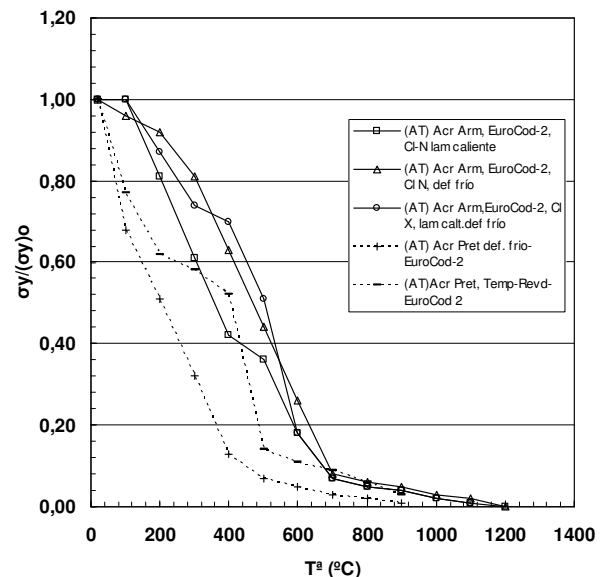


Figura 2. Variación del límite elástico a alta temperatura, según los códigos, para distintos tipos de armadura (pasiva y activa).

Los códigos diferencian no solo para distintos tipos de armaduras pasivas, sino también para armaduras activas, figura 2, siendo estas últimas aún más sensibles a las elevadas temperaturas. Los aceros activos para pretensado, tienen diferencias significativas a los aceros pasivos tanto en composición, microestructura como en propiedades mecánicas, cuando se exponen a elevadas temperaturas ven afectadas sus propiedades a temperaturas mas bajas, incluso a 200 $^\circ\text{C}$ [7,13,15]. Nuevamente los códigos son mas restrictivos, siendo mas sensible el acero de pretensado deformado en frío que el templado y revenido, posiblemente también asociado a la microestructura diferente entre ambos tipos de aceros.

Sin embargo, el efecto de la temperatura depende del tipo de parámetro medido; así en el caso de la carga

máxima existe mucha menos dispersión entre los datos encontrados a las distintas temperaturas, tanto de la bibliografía como de los códigos, figura 3.

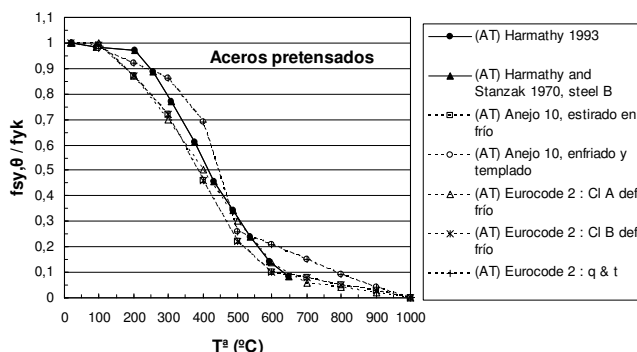


Figura 3. Variación de la carga máxima a alta temperatura, para armadura activa.

Estas diferencias en comportamiento según la propiedad medida, se aprecia mas claramente en la figura 4, para los valores medios calculados para los parámetros f_{max} , E y σ_y .

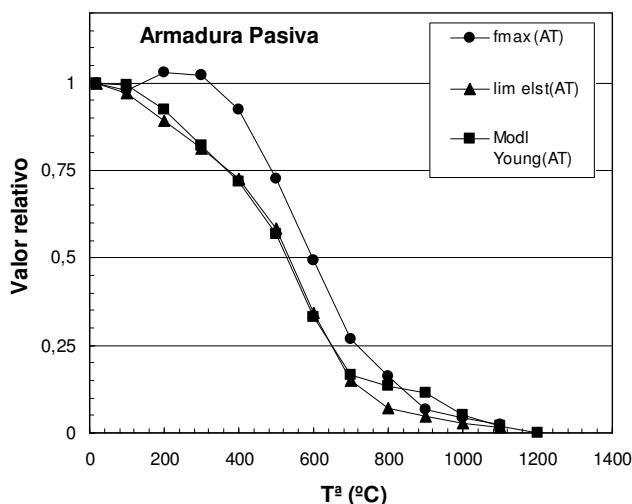


Figura 4. Reducción de factores para las relaciones tensión-deformación en armaduras pasivas a alta temperatura

En el caso del alargamiento, ϵ , la respuesta a alta temperatura indica para las armaduras pasivas, un aumento de la deformación, de manera que a $T^\circ > 400^\circ\text{C}$ se produce un importante ductilización del acero, que aumenta entre 400 y 700°C , no se han encontrado datos de este parámetro para las armadura activas.

De todos los parámetros mecánicos evaluados el límite elástico es el que presenta mayores dispersiones, que se van atenuando a temperaturas superiores a 700°C donde todos concuerdan que hay una perdida casi total de propiedades.

A la vista de los datos encontrados en la literatura es posible hacer una valoración estadística que permita de forma más rigurosa determinar la reducción en los

parámetros mecánicos de las armaduras expuestas a la acción del fuego, con el fin de poder aplicar modelos probabilistas que permitan valorar, de forma mas rigurosa, la seguridad de la estructura durante el incendio.

3. INFLUENCIA DEL DIAMETRO DE LA ARMADURA

La influencia del diámetro de la armadura ha sido estudiada experimentalmente en [16], aunque no aporta datos concretos, concluye que tanto el tamaño como la sección de acero tienen poca influencia en la propiedad medida. Dada la escasez de información se hizo un estudio experimental del parámetro diámetro de la armadura.

Se emplearon armaduras del tipo 500 SD, de alta ductilidad, de 6, 10, 12 y 16mm de \varnothing . Se cortaron en barras de 35cm y se sometieron a un calentamiento a $10^\circ\text{C}/\text{min}$ hasta alcanzar la temperatura crítica: 200, 400, 500, 700, 900 y 1100°C . Se mantuvo la temperatura durante $\frac{1}{2}$ hr seguido de un enfriamiento rápido con la puerta del horno abierta. Se ensayaron 6 armaduras para cada T° y \varnothing con el fin de poder tomar valores medios y determinar la variabilidad en el ensayo. Las roturas se realizaron tras enfriamiento, por lo que los datos son residuales (R).

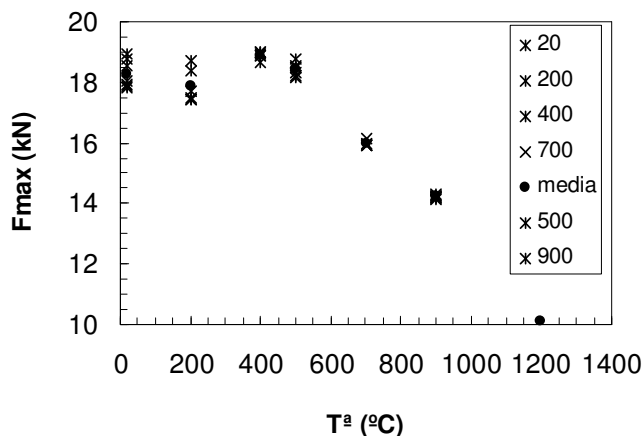


Figura 5. Dispersión de la carga máxima para armadura de 6mm diámetro

La respuesta de las propiedades mecánicas de las armaduras, independientemente del diámetro de la misma, es similar. Se comprueba que apenas existe dispersión para barras idénticas, como se aprecia en la figura 5.

Por otro lado los valores medios de la evolución del parámetro mecánico con la temperatura son muy similares para los distintos diámetros ensayados, como se deduce de la figura 6, y con la media de los valores de la bibliografía. Estos resultados permiten concluir que el diámetro de la armadura no es un parámetro crítico que afecte al comportamiento de la misma

cuando queda expuesta a elevadas temperaturas, por lo que es posible adoptar valores medios.

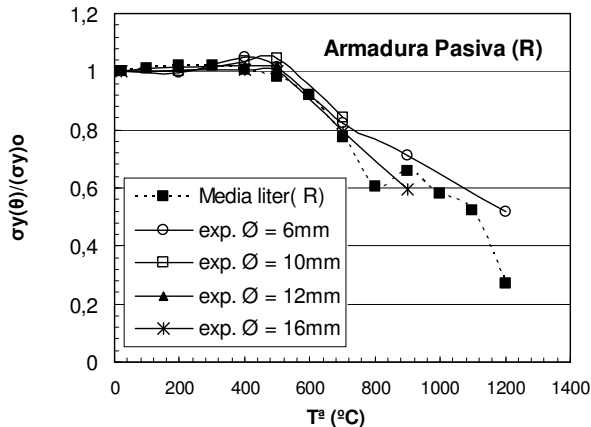


Figura 6. Influencia del diámetro de armadura en el límite elástico por exposición a altas temperaturas. Valores residuales.

4. CORRELACION ENTRE LA RESPUESTA A ALTA TEMPERATURA Y LA RESPUESTA RESIDUAL

Como se ha ido deduciendo de los resultados de la bibliografía las armaduras pasivas expuestas a elevadas temperaturas, si no se superan los 400°C mantienen la mayor parte de sus propiedades mecánicas, sobre todo la f_{max} (figura 7), aunque el nivel de pérdida depende del tipo de parámetro ensayado, siendo mas sensible para σ_y y E.

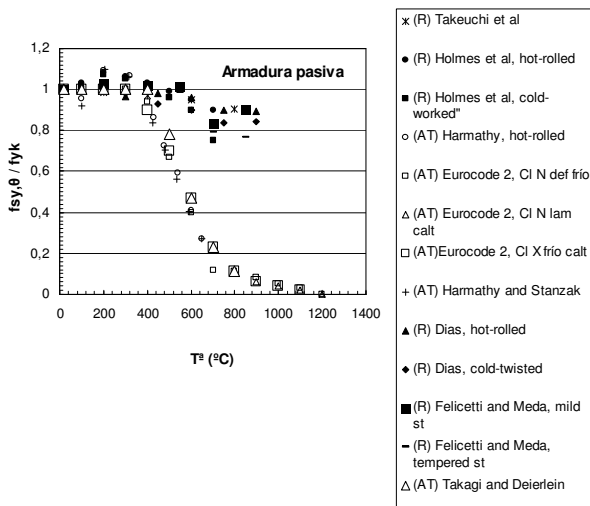


Figura 7. Evolución de la carga máxima en función de las condiciones de exposición. AT valores a alta temperatura, R valores residuales (frío)

Sin embargo esta reducción en propiedades mecánicas depende de las condiciones en las que se realiza la medida, es más significativa a alta temperatura (AT) que una vez que se ha enfriado, ya que entonces la armadura recupera parte de esta caída.

Los distintos parámetros mecánicos que caracterizan a la armadura presentan una capacidad determinada de recuperarse tras la exposición a elevadas temperaturas que varía en función de la temperatura alcanzada y que es independiente de la dispersión asociada al parámetro concreto, como se aprecia en las figuras 7 y 8, para la carga máxima y el límite elástico respectivamente en armaduras pasivas.

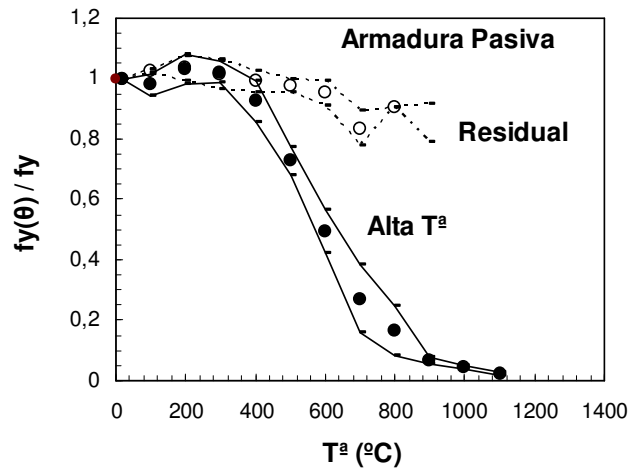


Figura 7. Dispersión para la carga máxima para AT y R en armaduras pasivas

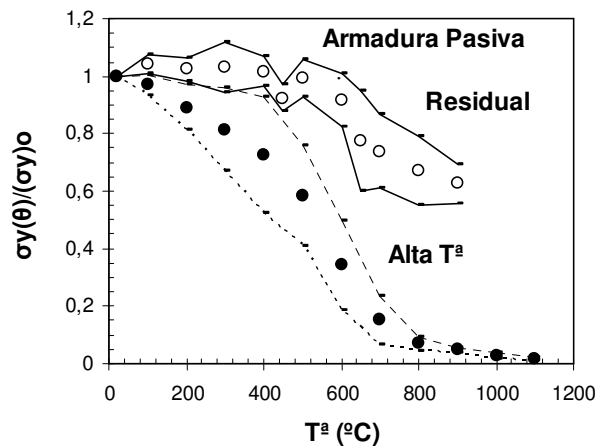


Figura 8. Dispersión del límite elástico para AT y R en armaduras pasivas

Al intentar establecer una correlación entre la pérdida de propiedades a elevada temperatura (AT) con la capacidad de recuperación tras el enfriamiento (R), el proceso sigue una evolución lineal en dos etapas, como se aprecia en la figura 9, para la carga máxima para el caso de armaduras activas: 1) Una primera entre 20 y 400°C y 2) otra entre 400 y 800°C.

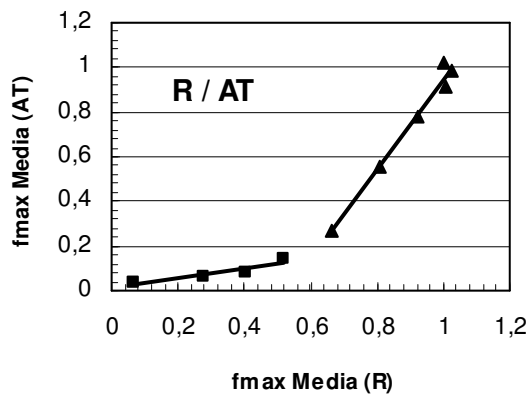


Figura 9. Correlación AT vs. R. para el límite Elástico. Armadura Activa

Las tablas I y II recogen los valores correspondientes a los ajustes lineales a partir de las medias obtenidas de los datos de la bibliografía, tanto para armaduras pasivas como para armaduras activas en ambas etapas. La bondad de dichos ajustes se pone de manifiesto en el valor de R^2 superior en todos los casos a 0.85. Un ajuste a una única función continua también sería posible de establecer, de tipo exponencial.

Tabla 1. Respuesta a alta T^a (AT) vs Respuesta tras el enfriamiento (R), para armaduras pasivas.

R/A T	T °C	Función	R^2
fmax	20-800	$f_m(AT) = 5.67f_m(R) - 4.73$	0.91
Lim Elast	20-400	$\sigma_y(AT) = 3.22\sigma_y(R) - 2.35$	0.85
Lim Elast	400-800	$\sigma_y(AT) = 0.48\sigma_y(R) - 0.22$	1
Mod Yong	20-400	$E(AT) = 9.29E(R) - 9.91$	0.87
Mod Yong	400-800	$E(AT) = 0.69E(R) - 0.58$	0.99

Tabla II. Respuesta a alta T^a (AT) vs Respuesta tras el enfriamiento (R), para armaduras activas.

R/A T	T °C	Función	R^2
fmax	20-400	$f_m(AT) = 2.04f_m(R) - 1.09$	0.98
fmax	400-800	$F_m(AT) = 0.72f_m(R) - 0.21$	0.98
Lim Elast	20-400	$\sigma_y(AT) = 1.58\sigma_y(R) - 0.87$	0.96
Lim Elast	400-800	$\sigma_y(AT) = 0.53\sigma_y(R) - 0.10$	0.98
Mod Yong	20-400	$E(AT) = 1.89E(R) - 0.80$	0.93
Mod Yong	400-800	$E(AT) = 0.19E(R) - 0.003$	0.94

Finalmente se ha intentado validar este tipo de ajuste aplicándole a los resultados experimentales obtenidos con armaduras pasivas y distintos diámetros. Donde a partir de los datos residuales (R) de los parámetros mecánicos se ha intentado determinar el factor de pérdida a alta temperatura (AT). En la figura 10 se presentan los resultados del ajuste para el caso de las armaduras con 6 mm de diámetro.

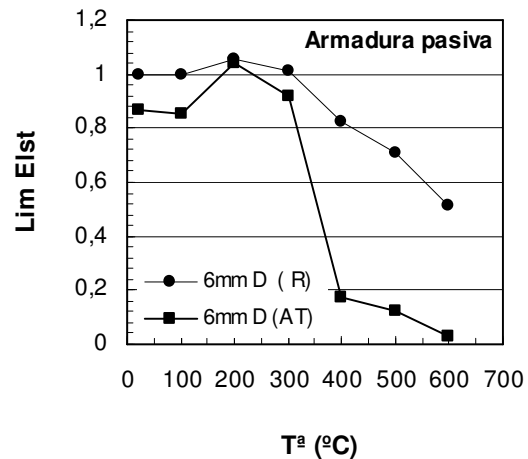


Figura 10. Correlación AT vs. R. para el Límite Elástico. Armadura pasiva

5. CONCLUSIONES

A partir de los estudios realizados se han podido extraer las siguientes consideraciones finales:

- Las armaduras de acero cuando se encuentran expuestas a elevadas temperaturas sufren una reducción de sus propiedades mecánicas. Existe un rango de dispersión de pérdida de propiedad para idénticas condiciones de exposición que depende de diferentes factores.
- El factor de reducción depende del tipo de parámetro mecánico y del tipo de acero.
- Del tipo de acero: Las armaduras activas son más susceptibles a sufrir una mayor reducción de propiedades que las armaduras pasivas. De igual forma los aceros de armaduras pasivas laminados en caliente son más sensibles que los deformados en frío.
- El diámetro de la armadura no afecta a la pérdida de propiedades siendo más sensible el tipo de acero.
- La pérdida de propiedades que se producen por las elevadas temperaturas, pueden recuperarse parcialmente al alcanzar el estado de enfriamiento.

- Es posible obtener una relación lineal en dos etapas para cada parámetro mecánico que permita determinar a partir de datos residuales la respuesta a alta temperatura de las armaduras.

AGRADECIMIENTOS

Los autores desean agradecer al proyecto HABITAT-2030 (PSS-380000-2006) del MEC la financiación obtenida para el presente estudio. A p. Tanner y R. Ingorani por sus valiosos comentarios

REFERENCIAS

- [1] Bazant Z., Kaplan M.F. Concrete at high temperatures, material properties and mathematical models. U.K. Longman Group Limited, *Concrete Design and construction series*, 1996, 413.
- [2] Harmathy T.Z. Fire safety Design and Concrete. U.K. : Longman Scientific and Technical, *Concrete Design and construction series*, 1993, p412.
- [3] Morley, P.D. and Royles, R., The influence of high temperature on the bond in reinforced concrete, *Fire safety journal*, 2 (1979) 243-255.
- [4] Simmons W.F., Cross H.C. Elevated temperatures properties of carbon steels. Philadelphia. *American Society for Testing Materials*, 1955, p63.
- [5] Eurocode 3-Part 1.2: General rules – Structural Fire Design. Design of Steel Structures. Bruxelles. *Comité Européen de Normalisation*, Abril 2005
- [6] Felicetti R., Meda A. Residual behaviour of reinforcing steel bars after fire. In : BALAZS G.L., BOROSNYOI A., Fib Synopsium « Keep concrete attractive ». *Budapest University of Technology and Economics*, 2005, p.1148-1155
- [7] Takeuchi M., Hiramoto M., Kumagai N., Yamazaki N., Kodaira A., Sugiyama K. Material properties of concrete and steel bars at elevated temperatures. Edt. KUSSMAUL K., Smirt-12. *Elsevier Science Publication*, 1993, p.133-138.
- [8] Harmathy T. Z., Stanzak W. W. Elevated temperature tensile and creep properties of some structural and prestressing steels. In : Fire test performance. *American Society for Testing and Materials*, 1970, 186 p.
- [9] Standard Methods of Fire Tests of Building Construction and Materials, E119-83. Annual Book of ASTM Standards Vol. 04.07, *American Society for Testing and Materials*, Philadelphia, 1984
- [10] Assessment and Repair of Fire-damaged Concrete Structures. Concrete Society Technical Report TR.033, *The Concrete Society, UK*, 1990
- [11] Repairability of fire damaged structures. *CIB W14 Report, Fire Safety Journal, Special Issue, Vol.16, No.4*, 1990.
- [12] FIB Task Group V.2 : Management, Maintenance and Strengthening of Concrete Structures – Appendix 7 : *Assessment of Fire Damage to Structures*. Avril 1999
- [13] Takogi, J. Deierlein G.G., Strength design criteria for steel members at elevated temperature. *Journal of Constructional Steel Research*, 2007, Vol.63, n°8, p.1036-1050
- [14] Gustaferro A.H., Lin T.D. Rational design of reinforced concrete members for fire resistance. *Fire Safety Journal*, 1986, Vol.11, p.85-98
- [15] Dias W. P. S. Some properties of hardened cement paste and reinforcing bars upon cooling from elevated temperature. *Fire and Materials*, 1992, Vol.16, p.29-35
- [16] Holmes M., Anchor R.D., Cook G.M.E., Crook R.N. The effects of elevated temperatures on the strength properties of reinforcing and prestressing steels. *The Structural Engineer*, 1982, Vol.60.

TRANSPORTE DE CLORUROS EN ELEMENTOS DE HORMIGÓN PRETENSADO.

C. Alonso¹, M. Sánchez¹, F. J. Recio¹

¹ Departamento de Química-Física de los Materiales de Construcción, Instituto “Eduardo Torroja” de Ciencias de la Construcción (IETcc) - CSIC,
Serrano Galvache, 4,
28033 Madrid
E-mail: mcalonso@ietcc.csic.es
mercesanc@ietcc.csic.es
fjrecio@ietcc.csic.es

RESUMEN

Tanto la velocidad de transporte de cloruros en el hormigón, como la concentración umbral necesaria para iniciar la corrosión de la armadura son parámetros críticos a la hora de cuantificar la vida útil de las estructuras de hormigón. En la última década ha sido extensa la investigación llevada a cabo tanto en el desarrollo de ensayos, para la determinación de los parámetros controlantes de los procesos, como en el desarrollo de modelos. Los estudios se han llevado a cabo empleando diferentes metodologías, varias de ellas ya contrastadas a partir de Round-Robin Tests. A su vez, se está realizando un importante esfuerzo en el desarrollo de normativa específica enfocado a aunar métodos y criterios para la caracterización de hormigones frente a la durabilidad que permitan abordar las crecientes exigencias contenidas en los nuevos códigos de construcción. Sin embargo, la mayor parte de estos estudios se ha realizado sobre hormigón armado, siendo aún muy escasa la información existente en elementos de hormigón pretensado.

En el presente trabajo se recogen los resultados preliminares de un estudio experimental mas amplio llevado a cabo sobre vigas pretensadas de 1.5 m de longitud, fabricadas industrialmente. En dicho estudio se está considerando la aplicación de distintos métodos experimentales para el transporte del ión cloruro con el fin de determinar tanto la concentración crítica de cloruros como el tiempo de despasivación de los aceros. De este modo, el ensayo se extiende hasta alcanzar el tiempo crítico al que se produce la despasivación, identificado a partir del empleo de medidas electroquímicas: E_{corr} , i_{corr} y variaciones de intensidad y potencial en los alambre de acero pretensado de las vigas sometidas a métodos de ensayo naturales y acelerados (migración y potenciostáticos).

ABSTRACT

The transport rate and depassivation threshold value of chlorides are critical parameters of quantifying the service life of concrete structures. In last decade several studies has been focussed on the development of tests to determine the controlling parameters of processes and also on the development of models. In these studies several methodologies have been employed, some of them contrasted by Round-Robin Tests. An important effort has been tackled in developing a specific normative focused on joining methods and criteria to characterize the concrete durability. However, the largest part of these studies has been made on reinforced concrete and the existing information about prestressed concrete is still short.

In present work preliminary results of an extent experimental study are summarised. The studies have been made on real prestressed beams of 1.5 m length. Several methods for chloride transport are being considered to determine both the chloride threshold and the time for the onset of corrosion. The tests last until the critical time of the steel depassivation, which is detected from electrochemical measurements: E_{corr} , i_{corr} and changes in the intensity and potential on the steel wires exposed to natural and accelerated tests.

PALABRAS CLAVE: Durabilidad, umbral de cloruros, estructuras pretensadas.

1. INTRODUCCIÓN

En las últimas décadas se está dedicando un importante esfuerzo al desarrollo de modelos de predicción de la vida útil de las estructuras [1 - 3]. Uno de los parámetros

fundamentales dentro de estos modelos de predicción es la concentración crítica de cloruros [4 - 9]. Así, los modelos se basan en la hipótesis de que el inicio de la corrosión se produce cuando una cierta cantidad de cloruros alcanza la superficie de la armadura.

De este modo se hace necesario el desarrollo de métodos para la estimación de la concentración crítica de cloruros, con el fin de obtener valores del parámetro para introducir en los modelos de predicción [10]. A pesar de los esfuerzos realizados no se ha alcanzado un único valor para la concentración crítica de cloruros a la que se inicia la corrosión, habiéndose observado múltiples variables que afectan al valor de este parámetro: tipo y contenido de cemento, condiciones y tiempo de exposición (características de la capa pasiva), tipo de acero, etc. [5, 9, 11 - 14].

Sin embargo, en el caso de estructuras pretensadas no se han encontrado datos de estudios enfocados a la determinación de la concentración crítica de cloruros.

Por ello el presente trabajo se ha centrado en el desarrollo de distintas metodologías de ensayo para la determinación de la concentración crítica de cloruros sobre vigas de hormigón pretensado de 1.5 m de longitud. Se ha evaluado la penetración del ión cloruro a través de las vigas tanto a partir de métodos de transporte natural (piscina con cloruros sobre la superficie, ciclos humectación/secado) como de métodos acelerados (control potencioestático del potencial superficial del acero y migración).

2. PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL

2.1. Preparación de las vigas pretensadas.

El estudio se ha realizado sobre vigas de hormigón pretensado de 1.5 m de longitud fabricadas en una línea industrial y cortadas de un elemento inicial de hormigón pretensado de 140 m de longitud. La viga lleva embebidos tres alambres pretensados de 5 mm de diámetro, como se puede observar a partir del esquema incluido en la figura 1. Dos de los alambres, separados entre sí 5 cm, se sitúan a 1.5 cm de la superficie y un tercer alambre se localiza en la parte central de la viga a 8 cm de profundidad.

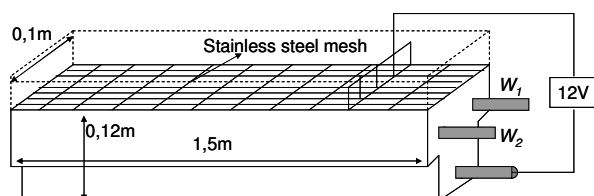


Figura 1. Esquema con las dimensiones de la viga en T pretensada, indicando las conexiones empleadas para el ensayo de penetración acelerada del ión Cl^- .

Las vigas se fabricaron con $380 \text{ kg}\cdot\text{m}^{-3}$ de CEM I 42.5, obteniéndose una resistencia a compresión del hormigón de 40 MPa con un cono de 1-2 (seco). Tras la fabricación, los elementos pretensados se dejaron endurecer durante 3 días cubiertos con un plástico para evitar su secado, y posteriormente se cortaron para obtener vigas más pequeñas de 1.5 m de longitud.

Con el fin de evitar la interacción con la atmósfera, tres de las caras de la viga en T se pintaron con resina epoxi. Sobre la cara de mayor tamaño (cara superior en figura 1) se fijó una piscina con la disolución de cloruro a transportar (0.5 M NaCl). Para las conexiones y la toma periódica de medidas se soldaron cables eléctricos a los alambres de acero que asomaban por las caras transversales de las vigas.

Inicialmente las piscinas se llenaron con agua destilada durante 20 días. A partir de medidas electroquímicas, potencial de corrosión (E_{corr}) e intensidad de corrosión (i_{corr}) se confirmó el estado pasivo de los alambres de acero, caracterizado por valores medios de $E_{\text{corr}} \approx -175 \text{ mV vs ESC}$ e $i_{\text{corr}} < 0.1 \mu\text{A}\cdot\text{cm}^{-2}$.

2.2. Ensayos de penetración de cloruros para la determinación de la concentración umbral para iniciar la corrosión.

Se están considerando cuatro metodologías de ensayo diferentes:

- a. Transporte natural:
 - a.1. Difusión (Ponding).
 - a.2. Ciclos de humectación/secado.
- b. Transporte acelerado:
 - b.1. Potencioestático.
 - b.2. Migración.

En el método natural a.1 se ha empleado una piscina conteniendo la disolución 0.5 M NaCl sobre la superficie del hormigón y se han ido tomando medidas periódicas de E_{corr} e i_{corr} de los alambres de acero situados a 1.5 cm de la superficie con el fin de detectar el inicio de la corrosión.

En el método natural a.2 se han llevado a cabo ciclos de humectación/secado, intercalando periodos de 2 semanas de aplicación de la disolución 0.5 M NaCl mediante colocación de una piscina (humectación) y una semana de secado, vaciando la piscina. Tras 6 meses de exposición se cambió la periodicidad de los ciclos, manteniendo periodos de humectación de 1 semana intercalados con periodos de secado de dos semanas. Periódicamente, durante los periodos de humectación, se han ido tomando medidas de E_{corr} e i_{corr} .

En estos métodos naturales, el criterio adoptado para identificar el inicio de la corrosión ha sido: medidas estables de $E_{\text{corr}} < -350 \text{ mV vs ESC}$ o $i_{\text{corr}} > 0.2 \mu\text{A}\cdot\text{cm}^{-2}$.

El método potencioestático se basa en la polarización continua de las armaduras a un potencial constante. Se

está trabajando a dos potenciales, -100 y -350 mV vs ESC, seleccionados por el distinto comportamiento observado en trabajos previos [9] para las armaduras a estos potenciales (variación en la capacidad protectora de la capa pasiva). Se ha empleado un contraelectrodo externo de malla de acero inoxidable y un electrodo de referencia de Ag/AgCl. Como criterio de despasivación de las armaduras en este ensayo se ha considerado un incremento brusco de la intensidad que pasa por el sistema [9], de modo que durante el ensayo se hace un registro periódico de este parámetro. En el presente trabajo se incluyen los resultados obtenidos a un potencial de polarización de -350 mV vs SCE.

Finalmente se ha empleado un método más acelerado, basado en la aplicación de un voltaje de 12 V entre dos electrodos situados a ambos lados de los alambres de acero situados a 1.5 cm de profundidad, que sufrirán una polarización como consecuencia de la aparición de un campo inducido entre ambos electrodos [15]. La conexión del campo eléctrico se ha realizado entre un electrodo externo de malla de acero inoxidable, conectado al polo negativo de la fuente de corriente, y el alambre de acero situado a 8 cm de la superficie de hormigón, conectado al polo positivo de la fuente, de modo que la penetración del ión cloruro se ve acelerada desde la piscina con la disolución de NaCl hacia interior del hormigón (ver figura 1). Durante el ensayo se ha llevado a cabo la monitorización continua del potencial de los alambres de acero situados a 1.5 cm, empleando un electrodo de referencia de Mn/MnO₂ y un *data-logger* de canales múltiples. Como criterio para la detección del inicio de la corrosión se ha considerado el registro de un aumento brusco de la polarización de los aceros hacia valores más positivos [10, 15]. Periódicamente a lo largo del ensayo se tomaron medias de E_{corr} e i_{corr} con desconexión temporal del campo eléctrico, con el fin de corroborar la despasivación de los aceros a partir de una evolución del E_{corr} hacia valores más negativos o bien a partir del registro de valores de i_{corr} más elevados, asociados a cinéticas de corrosión activa.

2.3. Medida del contenido de cloruros.

La penetración del ión cloruro, expresado como % en peso de cemento, se ha identificado a partir de dos tipos de análisis:

- Cl⁻ libres a nivel de la armadura: por valoración del cloruro soluble en agua.
- Cl⁻ totales: por Fluorescencia de rayos X (FRX).

El contenido de cloruros se ha determinado en pequeñas muestras de hormigón tomadas a nivel de la armadura y en diversos puntos a lo largo de la viga.

3. RESULTADOS Y DISCUSIÓN

3.1. Detección del inicio de la corrosión: influencia de la metodología de ensayo.

Ensayo natural de difusión

En la figura 2 se ha incluido la evolución de la intensidad de corrosión, i_{corr} , durante el ensayo de transporte natural de cloruros por colocación de una piscina conteniendo la disolución agresiva.

Se comprueba que las armaduras presentan una situación de corrosión despreciable durante más de 8 meses de exposición. Sin embargo, a partir de aproximadamente 230 días de ensayo se está registrando un incremento de la intensidad de corrosión en uno de los aceros, que podría estar asociado a la rotura de la película pasiva y comienzo de una corrosión localizada. No obstante, el tiempo crítico y la concentración de cloruros a nivel de la armadura se determinarán a partir del criterio adoptado para garantizar que la corrosión activa es permanente ($i_{corr} > 0.2 \mu A \cdot cm^{-2}$).

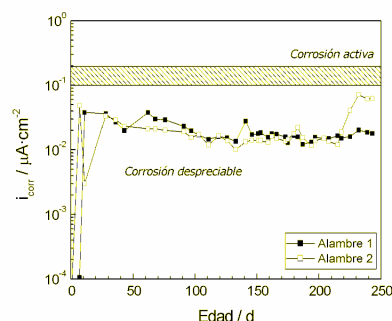


Figura 2. Evolución de la i_{corr} en la viga expuesta a la difusión de iones cloruros desde la piscina situada sobre la superficie del hormigón.

Ensayo natural Humectación/secado

En la figura 3 se recogen la evolución del E_{corr} e i_{corr} tomados como valores medios entre los dos aceros de la viga expuesta a ciclos de humectación/secado.

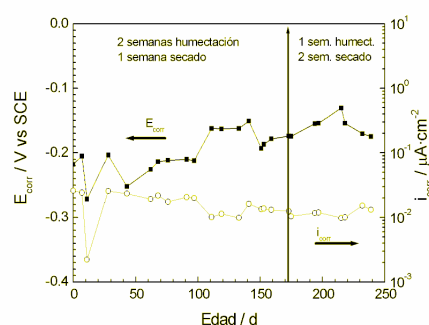


Figura 3. Evolución de E_{corr} e i_{corr} en la viga expuesta a ciclos de humectación/secado.

Pasados 6 meses (180 días) de exposición al cloruro no se han identificado cambios significativos en E_{corr} e i_{corr} que puedan ser asociados a que se están produciendo roturas localizadas de la película pasiva, a pesar de que cabría esperar que a partir de este método la penetración del ión cloruro tuviese lugar en un menor tiempo de ensayo. Por este motivo, se ha optado por cambiar el

ciclo, aumentando a dos semanas los periodos de secado, con el fin de favorecer la penetración por succión capilar del ión cloruro. El ensayo continua hasta alcanzar la despasivación.

Ensayo Potenciostático

Con respecto al ensayo potenciostático se registraron valores iniciales de densidad de corriente total del sistema (para los dos alambres) $< 0.2 \mu\text{A}\cdot\text{cm}^{-2}$. En la figura 4 se ha incluido la evolución de este parámetro a lo largo del ensayo. Se observa que durante los primeros 3 meses de ensayo se produjo una tendencia de este parámetro a disminuir, alcanzando valores de $i=0.02 \mu\text{A}\cdot\text{cm}^{-2}$. A pesar de que a partir del cuarto mes de conexión se produce un aumento de la intensidad, alcanzando valores de hasta $0.3 \mu\text{A}\cdot\text{cm}^{-2}$, no se ha alcanzado un incremento continuo de la densidad corriente del sistema. Pasado un año de ensayo, se desconectó la polarización potenciostática y se midieron los valores de E_{corr} e i_{corr} de los aceros, con el fin de identificar su estado de corrosión. De este modo se pudo confirmar el estado pasivo de los mismos ($E_{\text{corr}} = -125 \text{ mV vs SCE}$, $i_{\text{corr}} = 0.05 \mu\text{A}\cdot\text{cm}^{-2}$).

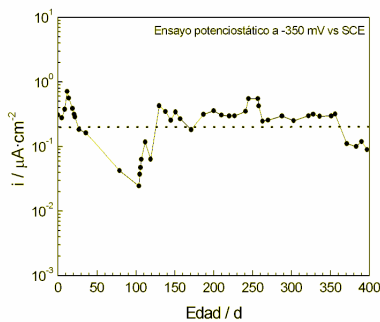


Figura 4. Evolución de la intensidad de los alambres de acero pretensados en la viga polarizada a -350 mV vs SCE .

Ensayo de migración

El ensayo de migración es el más acelerado, de modo que pasados ya 60 días de ensayo se identifican las primeras señales asociadas con el inicio de una despasivación local de los alambres de pretensado (formación de picaduras).

Como se puede observar a la vista de la figura 5 a esa edad (60d) se produjo un importante incremento del potencial de polarización medido para el alambre de acero (indicado como 1ª picadura), pasando de -1 V vs SCE a $+0.5 \text{ V vs SCE}$. En trabajos previos [10, 15] este aumento del potencial de polarización ha sido asociado con la despasivación de las armaduras expuestas a la acción del campo eléctrico inducido.

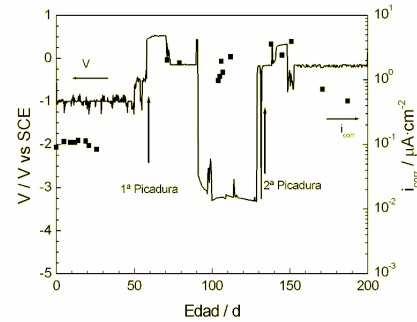


Figura 5. Potencial de polarización inducido en uno de los alambres de acero de la viga expuesta a ensayo de migración e i_{corr} (puntos) del acero.

El aumento del potencial estaba asociado a su vez a un brusco incremento de la i_{corr} del acero (figura 5, puntos).

Sin embargo, si se mantiene conectado el campo eléctrico, es posible observar una nueva caída del potencial inducido en el alambre de acero hasta valores muy negativos (-3 V vs SCE), probablemente asociada a una repasivación de la picadura. No obstante, a tiempos más prolongados (140 días), es posible detectar otra despasivación identificada por un nuevo incremento del potencial de polarización del alambre, acompañado nuevamente de elevados valores de la intensidad de corrosión. Este segundo incremento de la polarización se mantiene en el tiempo, indicando que este ataque localizado es permanente.

Con el fin de evaluar la reproducibilidad de estos resultados y analizar el comportamiento asociado a la aparición de la primera despasivación reversible, se está ensayando una nueva viga, que aún no se ha despasivado.

A lo largo del ensayo, mientras duró la conexión del campo eléctrico, pudo comprobarse que la reacción electrolytica de formación de OH^- que tiene lugar en el compartimento de la disolución con cloruro, como consecuencia del contraelectrodo de acero inoxidable actuando como cátodo, no ha llevado a una alcalinización de la disolución. Así pues, cabe esperar que no se haya producido una pérdida de eficacia en el transporte del ión cloruro en competencia con el transporte del OH^- que sí se detecta en probetas de menores dimensiones [10].

3.2. Penetración de cloruros.

En el ensayo de migración tras alcanzarse la despasivación de los aceros, se determinó la distribución de la concentración de cloruros en el hormigón a nivel de la armadura en distintos puntos a lo largo de la viga con el fin de evaluar la variabilidad del límite de cloruros. En la figura 6 se ha incluido el % de cloruros libres y totales analizados a lo largo de la viga.

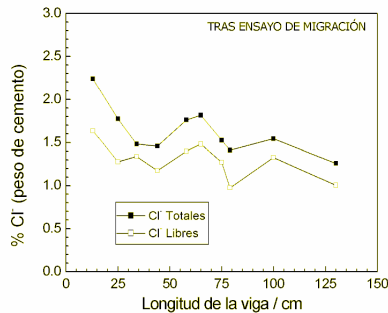


Figura 6. Contenido de Cl⁻ libres y totales por peso de cemento al nivel de la armadura.

A la vista de la figura se observa que la concentración de cloruro a nivel de la armadura es bastante homogénea a lo largo de la longitud de la viga. Se han medido un % medio de Cl⁻ libres en peso de cemento de 1.37 ± 0.34 y un % medio de Cl⁻ totales en peso de cemento de 1.73 ± 0.48 .

Sin embargo, la concentración de cloruros a nivel de la armadura parece disminuir con la distancia al punto de conexión del campo eléctrico. Con el fin de obtener una distribución más homogénea del contenido en cloruro a lo largo de toda la longitud de la viga, en la nueva viga que se encuentra en estudio se ha considerado la conexión al campo eléctrico desde ambos extremos de los aceros.

Tras la rotura de la viga fue posible hacer la observación visual de las armaduras, comprobándose la presencia de múltiples ataques localizados sobre la superficie de los alambres de acero. Estos ataques aparecían más extendidos en aquellas zonas de las vigas en las que se registró un contenido en Cl⁻ libres más elevado. En la figura 7 puede observarse la picadura aparecida a una longitud de 60 cm, zona en la que se medían las mayores concentraciones de cloruro (figura 6).



Figura 7. Ataque localizado observado en el alambre de acero tras el ensayo de migración a una distancia de 60 cm respecto al punto de conexión de la corriente.

Una distribución estadística de los valores de Cl⁻ a nivel de la armadura, incluida en la figura 8, refleja que el intervalo de mayor probabilidad para el valor umbral de cloruro se sitúa entre 1.15 – 1.30 para los Cl⁻ libres y entre 1.5 – 1.7 para los Cl⁻ totales.

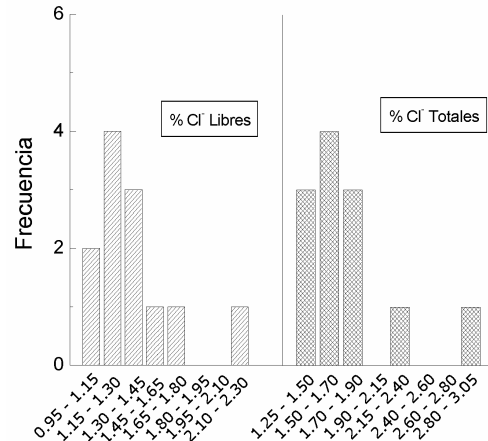


Figura 8. Distribución de probabilidad del contenido en cloruros libres y totales al nivel de la armadura.

A partir de la figura 7 se comprueba que existe una probabilidad superior al 70% de que el contenido en Cl⁻ libres se encuentre en un intervalo entre 1 – 1.5%. Por otro lado, la probabilidad de que el contenido de Cl⁻ totales se encuentre dentro del intervalo entre 1.2 – 2% es superior al 80%.

Cabe destacar que estos límites de cloruros pueden considerarse representativos en el caso de que una picadura esté completamente desarrollada, aceptando que se ha producido una cierta penetración de ataque. En el caso de que se considere el límite de cloruros cuando tiene lugar la aparición de la primera picadura (figura 5), estos valores podrían ser menores y más conservadores para el caso de alambres para pretensado.

4. CONCLUSIONES

A partir de los resultados presentados en el trabajo se ha llegado a las siguientes conclusiones:

- Ha sido posible desarrollar un procedimiento experimental para la determinación del límite umbral de cloruros a partir de muestras reales de hormigón pretensado.
- El tiempo necesario para que se produzca el inicio de la corrosión varía considerablemente en función del método de ensayo empleado para su determinación.
- Se ha confirmado la viabilidad del método de ensayo acelerado basado en la migración para la determinación del valor umbral de cloruros en un tiempo de ensayo razonablemente corto.
- La necesidad de emplear probetas de gran longitud para los ensayos sobre hormigón pretensado, ha permitido la determinación de la concentración de cloruros en distintas zonas de la armadura. De este modo ha sido posible realizar un análisis estadístico.

AGRADECIMIENTOS

Los autores desean agradecer al Ministerio de Educación y Ciencia el soporte económico de la investigación (Proyecto BIA 2004-02239), así como a la empresa Somapre Hispania por suministrar las vigas pretensadas.

REFERENCIAS

- [1] -Andrade and col., "A validated users manual for assessing the residual service life of concrete structures, CONTECVET", *IETcc electronic publication*, www.ietcc.csic.es (2000).
- [2] -Proyecto Duracrete, "Probabilistic performance based design of concrete structures", EC BE95-1347 (2000).
- [3] -Tanner, P. and Andrade, C., "Corrosion models for structural design", *Proceedings of the RILEM/CBI/ISO International Symposium on integrated life cycle design of materials and structures*, RILEM Publications, Helsinki (2000).
- [4] -Hope, B. B. and Alan, K. C., "Chloride corrosion threshold in concrete", *ACI Materials Journal* (1987) 306.
- [5] -Hansson, C. and Sorensen B., "The threshold concentration of chloride in concrete for the initiation of the reinforcement corrosion", *Corrosion rates of steel in concrete*. ASTM STP 1065, Edt. S. Berke, V. Charke and D. Whiting (1990).
- [6] -Lambert, P., Page, C. L., and Vassie, P. R. W., "Investigations of reinforcement corrosion. 2. Electrochemical monitoring of steel in chloride-contaminated concrete", *Materials and Structures* 24 (1991) 351.
- [7] -Glass, G. K. and Buenfeld, R. N., "The presentation of the chloride threshold level for corrosion of steel in concrete", *Corrosion Science* 39 (1997) 1001.
- [8] -Alonso, C., Andrade, C., Castellote, M. and Castro, P., "Chloride threshold values to depassivate reinforcing bars embedded on standardised OPC mortars", *Cement and Concrete Research* 30 (2000) 1047.
- [9] -Alonso, C., Castellote, M. and Andrade, C., "Chloride threshold dependence of pitting potential of reinforcement", *Electrochimica Acta* 47 (2002) 3469.
- [10] G. de Viedma, P., Castellote, M. and Andrade, C., "Comparison between several methods for determining the depassivation threshold value for corrosion onset", *J. Phys. IV France* 136 (2006) 79.
- [11] Rasheduzafar, M., Al-Saadoun, S. S., Al-Gahtani, A. S. and Dakil, F. H. "Effect of tricalcium aluminate content of cement on corrosion of reinforcing steel in concrete", *Cement and Concrete Research* 20 (1990) 723.
- [12] Hussain, S. E., Rasheeduzzafar, M., Al-Musallan, A. and Al-Gahtani, A. S., "Factors affecting threshold chloride for reinforcement corrosion in concrete", *Cement and Concrete Research* 25 (1995) 1543.
- [13] Petterson, K., "Factors influencing chloride induced corrosion of reinforcement in concrete", *International Conference of Durability of Building Materials and Components*. Edt. C. Sjöström. Chapman and Hall, London (1996) 1001.
- [14] Izquierdo, D., Alonso, C., Andrade, C. and Castellote, M., "Potentiostatic determination of chloride threshold values for rebar depassivation. Experimental and statistical study", *Electrochimica Acta* 49 (2004) 2731.
- [15] Castellote, M., Andrade, C. and Alonso, C., "Accelerated simultaneous determination of chloride depassivation threshold and of non-stationary diffusion coefficient values", *Corrosion Science* 44 (2002) 2409.

EVALUACIÓN DEL RIESGO DE FRAGILIZACIÓN DE TENDONES GALVANIZADOS EN CONTACTO CON HORMIGÓN. INFLUENCIA DE LA CAPA DE GALVANIZADO.

F.J. Recio², L. Gaillet¹, M.C. Alonso² and M. Sánchez²

¹Departamento MACOA, Laboratoire Central des Ponts et Chaussées (LCPC)
Route de Bouyage BP 4129 44341, Bougenais Cedex
Nantes (Francia)

²Departamento de Físico-Química de Materiales de Construcción.
Instituto de Ciencias de la construcción "Eduardo Torroja" (IETcc), CSIC
C/Serrano Galvache 4, 28033-Madrid (España).
E-mail: mcalonso@ietcc.csic.es

RESUMEN

El presente trabajo se centra en el desarrollo de ensayos para determinar el riesgo de fragilización por el hidrógeno generado durante el proceso de pasivación de tendones galvanizados en contacto con el hormigón. Se han empleado dos tipos de recubrimiento galvanizado, con distinto espesor de capa (11 y 134 µm). Se han propuesto dos vías de ensayo, ambas parten de una primera fase común, que es la exposición del tendón al 80% de su carga de rotura en contacto con el medio alcalino y posterior rotura: 1) dentro del medio alcalino, y 2) una vez fuera del medio (al aire). También, se ha determinado el volumen de hidrógeno acumulado por el tendón durante el tiempo de exposición al medio agresivo, previo a la rotura.

Se ha visto que los ensayos de tracción fuera del medio alcalino sólo detectan riesgo de FH en los aceros con bajo espesor de capa. Sin embargo, cuando se realizan ensayos de tracción lenta dentro del medio alcalino, el riesgo de FH es más alto. Esto se ha atribuido a la interacción de la disolución alcalina, fuente de la evolución de hidrógeno, con el acero expuesto en las microgrietas generadas durante el ensayo de tracción, activando un par galvánico Fe/Zn y aumentando así la actividad del proceso, la generación de hidrógeno y su facilidad de penetrar en el acero.

ABSTRACT

Present study is focussed on the development of tests to determine the HE risk during the passivation process of galvanized tendons in contact with concrete. Two different galvanized coatings with different thickness with different (11 and 134 µm) have been tested. Two procedures have been used, that had a common first phase with the tendon exposed to the alkaline media under a load of the 80% of its ultimate strength. Then two ways have been followed to break the tendon: 1) Inside the alkaline media, and 2) Outside, in the air. The hydrogen volume accumulated in the wires during the exposition to the alkaline media has been measured.

It has been found that when the stress-strain tests carried out in the air, the HE has only been detected in the samples with small coating thickness. On the contrary, when the test is carried out inside the alkaline media, the probability to found HE increases. This is attributed to direct interaction between the alkaline aggressive media with the steel through the opened micro-cracks generated during the slow stress-strain tests. A galvanic couple Fe/Zn may activate, witch increases the activity of the process and the hydrogen generated more easy to diffuse inside the steel.

PALABRAS CLAVE: Tendones, acero galvanizado, corrosión, fragilización por hidrógeno.

1. INTRODUCCIÓN.

La aparición y desarrollo de los tendones de acero galvanizado surge como necesidad de incrementar la respuesta a la corrosión del acero al carbono para pretensado convencionales.

El estudio sobre el comportamiento frente a la corrosión de armaduras galvanizadas ha sido extenso a lo largo de

los años en medios alcalinos y, cuando se encuentran embebidos en hormigón [1-4]; sin embargo, este no es el caso de los tendones de acero galvanizado [5-8].

Los tendones de acero galvanizado se emplean desde hace años en la construcción de estructuras pretensadas, aunque su uso se limita a estructuras de tipo post-tensado como tendones no adherentes; situaciones en las que no está en contacto directo con hormigón ni con

sistemas de llenado de vainas de tipo cemento. Esta limitación es debida a la interacción inicial del Zn del recubrimiento galvanizado con el medio alcalino, aportado por la hidratación del cemento, en la que se genera hidrógeno que si llega a difundir hacia el interior del acero podría conducir a fragilización por hidrógeno (FH). Durante el proceso tiene lugar además la disolución del Zn del recubrimiento [9] disminuyendo el espesor de la capa. En el caso que el hidrógeno difunda hacia el interior del acero, parte podría quedar ocluido en la red cristalina del Fe y podría favorecer fallos con fragilización.

El método más utilizado para evaluar la fragilización por hidrógeno en los aceros de alta resistencia para pretensado, es el ensayo FIP, recogido en la norma española UNE-EN ISO 15630-3 [10]. Esta norma propone a su vez dos métodos de ensayo para clasificar a los aceros en función del posible riesgo de fragilización. Los ensayos consisten en someter al acero bajo una carga constante del 80% de su carga máxima, en un ambiente isoterma de 50 °C, siendo la diferencia entre ambos métodos la disolución de ensayo: a) Ensayo en una disolución de alto contenido en tiocianato (200g de NH_4SCN de alta pureza en 800ml de agua), y b) Disolución de baja concentración en tiocianato (5g de K_2SO_4 , 0.5g de KCl y 1g de KSCN). Sin embargo estos métodos se alejan de la realidad de los medios alcalinos generadores de hidrógeno en los aceros de alta resistencia galvanizados si entran en contacto con hormigón, ya que en los medios alcalinos típicos del hormigón, aunque se genera hidrógeno sobre el galvanizado, existen iones calcio en el medio que inhiben la evolución de hidrógeno gracias a la formación de una capa pasiva sobre la superficie del galvanizado [11].

Un parámetro a considerar a la hora de evaluar el riesgo de fragilización por hidrógeno en estas circunstancias es el espesor del recubrimiento de galvanizado. Este recubrimiento se produce por reacción sólida a alta temperatura del Zn con el hierro, cuya microestructura y espesor de la capa dependen de variables como: Composición química del acero base (sobre todo concentraciones de Al y Si), rugosidad de la superficie del acero a recubrir; temperatura del baño, tiempo de inmersión; y de la velocidad de enfriamiento [12].

En el presente trabajo se ha realizado un estudio en tendones de acero galvanizado con distintos espesores, para desarrollar un método de ensayo que permita evaluar el riesgo de fragilización por hidrógeno que pueden sufrir si se emplean como armaduras de pretensado (al 80% de su carga máxima), en contacto con medios altamente alcalinos como la fase acuosa de los poros del hormigón.

2. EXPERIMENTAL.

2.1 Estudio y caracterización del tendón.

El trabajo experimental se realizó con dos tipos de tendones galvanizados. Los tendones estaban formados por siete alambres galvanizados de 0,5cm de diámetro, ordenados en forma helicoidal de 1,5cm de diámetro. Ambos se galvanizaron mediante inmersión en caliente en un baño de zinc fundido.

El espesor de recubrimiento de galvanizado fue diferente; en uno el espesor total de la capa era de 11 μm (Tendón GA) y en el otro de 134 μm (Tendón GB). La microestructura de la capa de galvanizado se muestra en las figuras 1arriba, para el Tendón GA, y 1abajo para el Tendón GB. Los espesores de las capas aleadas son similares en ambos, en lo que se diferencian básicamente ambas capas galvanizadas es en el espesor de la capa exterior de Zn puro (capa- η). El espesor y las propiedades mecánicas de los alambres y del tendón completo se incluyen en la tabla 1

Tabla 1. Propiedades mecánicas y espesor de capa de los tendones y alambres ensayados.

	Tendón (GA)	Alambre de Tendón GA	Tendón (GB)	Alambre de Tendón GB
Espesor del recubrimiento / μm	11	11	134	134
σ_{max} / MPa	1860	1954	1886	1979
$\sigma_{0.2\%}$ / MPa	1653	1782	1660	1809
ϵ / %	3.5	4.2	4.0	3.8

2.2. Medios agresivos y condiciones de exposición.

Con el fin de determinar la duración del periodo de evolución de hidrógeno sobre el galvanizado, se midió el potencial de corrosión (E_{corr}) del tendón galvanizado en diferentes medios alcalinos que simulan la fase acuosa de los poros de hormigón. En la tabla 2 se recogen los medios y las condiciones de ensayo.

Tabal 2. Condiciones de exposición al medio alcalino.

Medios alcalinos	% carga	texpos. (hr) Tendon GA	texpos. (hr) Tendón GB
$\text{Ca}(\text{OH})_2\text{sat.}$ pH= 12.5.	80	48	6 y 24
$\text{Ca}(\text{OH})_2\text{sat.} +$ 0,2MKOH pH= 13.2	80	48	24 y 48
$\text{Ca}(\text{OH})_2\text{sat.} +$ 0,5MKOH pH= 13.5	80	6, 24 y 48	6 y 48

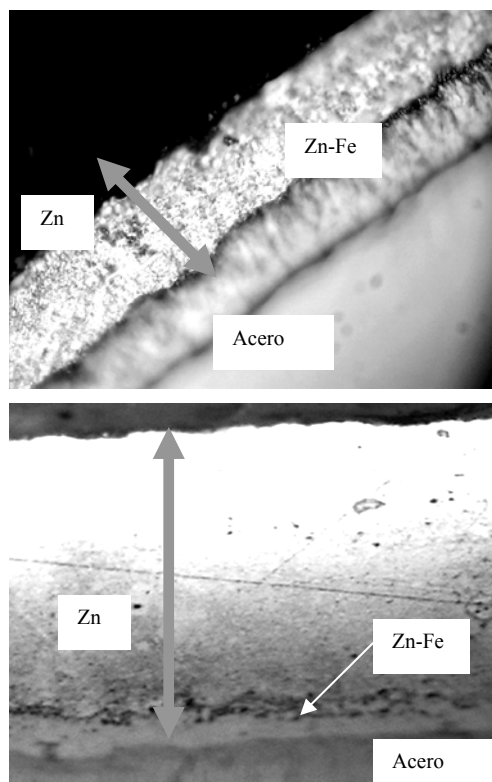


Figura 1. Microestructura de los tendones empleados. Arriba, Tendón GA de espesor $11\mu\text{m}$, ($\times 100$). Abajo, Tendón GB de espesor $134\mu\text{m}$, ($\times 50$).

Durante el periodo de exposición al medio alcalino, el tendón estaba sometido a una carga del 80% de su carga máxima de rotura. En algunos casos, como en el medio de $\text{pH}=12.5$, el tendón permaneció en el medio un tiempo superior al de evolución de hidrógeno antes de alcanzar la pasivación, que duró 6hr. En el resto de los casos todo el tiempo de exposición del tendón al medio alcalino hubo generación de hidrógeno.

2.3. Determinación de la acumulación de hidrógeno en el acero galvanizado.

Debido a la necesidad de evaluar la influencia de la capa de galvanizado con respecto a la penetración y acumulación de hidrógeno dentro del material, se determinó el volumen de hidrógeno mediante el método volumétrico descrito en [13]. Este método consiste en sumergir las muestras de acero galvanizado en un baño de mercurio desaerado, para tener la certeza de que todo el volumen de gas que se recoge debido a su difusión desde el acero es hidrógeno.

Terminado el periodo de exposición al medio alcalino, se cortaron trozos de alambres del tendón de la zona de exposición en la que se produjo la evolución de hidrógeno. Los trozos se colocaron inmediatamente en el baño de mercurio para su análisis, evitando así las pérdidas difusivas de hidrógeno al aire.

2.4. Evaluación mecánica del fenómeno de fragilización.

Para poder evaluar el riesgo de fragilización de los tendones en contacto con los medios alcalinos se determinaron los parámetros mecánicos a rotura a partir de dos metodologías de ensayo:

Método 1.

Ensayo de rotura del tendón o alambre dentro del medio alcalino, a velocidad de tracción lenta, $v=10^{-7} \text{ s}^{-1}$.

Método 2.

Ensayo de rotura del tendón o alambre fuera del medio alcalino, al aire, a $v=5\text{MPa/s}$.

3. RESULTADOS Y DISCUSION.

3.1. Determinación de la cantidad de hidrógeno acumulado en el tendón.

Para determinar la duración del periodo de evolución de hidrógeno, tal como se describió en [14] se midió el E_{corr} . Según el diagrama de Pourbaix para el Zn [12] en rangos de pH entre 10 y 14 se alcanzan potenciales inferiores a -1000 mV en los que se produce desprendimiento de hidrógeno. Estos valores límite de potencial para la evolución de hidrógeno del galvanizado también fue sugerido por [15] y aceptado en el presente trabajo. Los resultados obtenidos fueron bastante similares para ambos tendones y aparecen resumidos en la tabla 3. Se observa una clara relación entre el tiempo de la etapa de evolución de hidrógeno y el pH del medio.

Tabla 3. Duración de la etapa de evolución de hidrógeno sobre la superficie de galvanizado para los diferentes medios alcalinos ensayados.

pH	Duración del proceso de evolución de hidrógeno
12.5	6 horas
13.2	48 horas
13.5	>48 horas

Como se ha visto en estudios previos [14] el aumento de pH implica una menor concentración de Ca^{2+} , de modo que la formación de la capa de pasivación que inhibe el proceso de generación de hidrógeno en estos medios se ve más dificultada.

En trabajos anteriores [14] se evaluó la influencia del tiempo de exposición y del pH del medio sobre la acumulación de hidrógeno en el tendón. En el presente trabajo se analiza la influencia del espesor de la capa de galvanizado en la cantidad de hidrógeno acumulado. La condición necesaria para que el fenómeno de fragilización tenga lugar es la difusión de hidrógeno hacia el interior del acero. Este hidrógeno difundido hacia el acero puede estar de dos formas dentro del metal: difusible y por lo tanto móvil, o bien ocluido en

la red del acero [16]. El hidrógeno ocluido es el responsable de la pérdida de propiedades mecánicas que puede llevar a una pérdida de ductilidad en los aceros. Con el fin de analizar el hidrógeno acumulado, se midió volumétricamente mediante el método descrito en el apartado experimental [13].

Utilizando los datos de duración del periodo de evolución de hidrógeno, se sometieron los dos tipos de tendones a diferentes tiempos de exposición y pH bajo carga. Los resultados se exponen en la figura 2. Al igual que en [14] también se ha encontrado un incremento del volumen de hidrógeno difundido al aumentar el pH del medio de exposición.

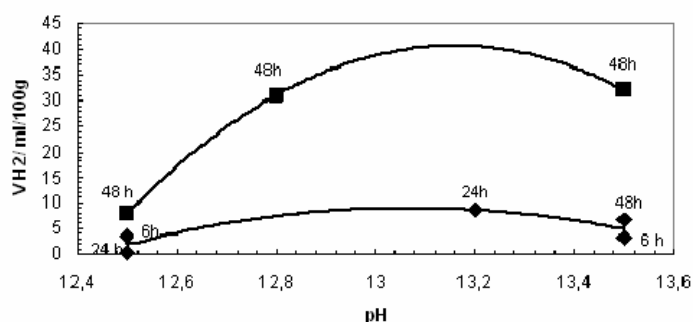


Figura 2. Resultados de la acumulación de hidrógeno en los dos tipos de tendones. Cuadrado, Tendón GA, y Rombo, Tendón GB.

En la figura 2 se observa una clara influencia del espesor de la capa de galvanizado en la difusión y acumulación de hidrógeno. Los tendones de menor espesor de capa galvanizada presentan una mayor acumulación de hidrógeno en su interior. Esto podría hacer pensar que el hidrogeno puede no llegar a atravesar el recubrimiento de galvanizado durante el tiempo de exposición, caso del tendón GB, mientras que en el tendón GA de menor espesor, llega a atravesarlo y a difundir al interior del acero.

El hidrógeno también puede quedar atrapado en el recubrimiento galvanizado y tampoco fragilizará al acero ni afectará a las propiedades mecánicas.

A partir de los resultados obtenidos para pH=12,5, a los diferentes tiempos de exposición del tendón de mayor espesor (GB), se ha observado una disminución de la cantidad de hidrógeno acumulado, que disminuye con el tiempo de exposición, contrariamente a lo que ocurre en otros medios, posiblemente debido a un fenómeno de retrodifusión del hidrógeno acumulado en el metal de nuevo hacia la disolución. La etapa de evolución de hidrógeno, en el pH=12,5 es tan sólo de 6 horas, debido a la rápida pasivación del galvanizado [11,15] y este hecho provocaría que al estar el galvanizado expuesto tiempos superiores al de duración de la etapa de evolución de hidrógeno, parte del difundido puede volver a retornar hacia el medio alcalino. Sin embargo, este fenómeno no se observa a pH superiores, en los que el tiempo de exposición del tendón al medio alcalino, no

supera la duración del periodo de evolución de hidrógeno (ver figura 2, resultados a pH 13,5 a 24 y 48h de exposición).

3.4. Ensayos mecánicos. Influencia del espesor de la capa de galvanizado y del tiempo de exposición, en la fragilización por hidrógeno.

Una vez comprobada la presencia de hidrógeno dentro del tendón, producida por la exposición al medio alcalino se evaluó la respuesta mecánica de ambos tipos de tendones.

Método 1.

Los ensayos de tracción lenta con rotura dentro del medio alcalino se realizaron en el medio con pH más alcalino (pH 13,5), que es el más agresivo por la larga duración de la etapa de evolución de hidrógeno. Con este método se evaluó la influencia del tiempo de exposición en la pérdida de elongación y carga máxima.

En los ensayos realizados con los tendones de menor espesor de capa galvanizada, tendón GA, se observó una tendencia a la fragilización que aumenta al aumentar el periodo de exposición al medio; ya que para el caso en el que el tendón estuvo expuesto solo durante 6h al medio alcalino, no se apreciaron síntomas de fragilización. Sin embargo, al aumentar el tiempo de exposición a 24 y 48 horas se detectó una fuerte disminución en la ductilidad del acero, como se observa en las figuras 3 y 4.

En la figura 3 se comprueba que la pérdida de elongación aporta información acerca de la existencia de fragilización, al detectarse en los valores de elongación para tiempos 24 y 48h una menor deformación. Sin embargo, los valores de carga máxima relativa se ven menos afectados, como muestra la figura 4. Además la rotura del tendón ha ocurrido dentro de la zona de exposición al medio alcalino.

Método 2.

En este caso los tendones tras estar sometidos al medio se desmontaron alambre por alambre y se ensayaron a tracción al aire. En la figura 3, se han incluido los resultados de elongación relativa, en ensayos de tracción de los alambres de menor capa de galvanizado (GA). En este caso están representados los valores obtenidos para un tiempo de exposición común a medios con diferente pH. Los resultados muestran una pérdida de elongación creciente al aumentar el pH del medio. Como se observa en la figura 3, la mayor pérdida de elongación se produce para un pH 13,5 (el más agresivo por ser este el de mayor el periodo de evolución de hidrógeno y el más intenso), detectándose en este caso el fenómeno de fragilización debido a la disminución de su valor de elongación en un 20% respecto del referencia, y produciéndose la rotura en la zona que estuvo expuesta al medio alcalino. Sin embargo, al estudiar los resultados de la reducción relativa de carga máxima en estos ensayos, se repite nuevamente el fenómeno observado con el método

anterior, ya que apenas hay reducción en la carga máxima relativa. Lo que indicaría que este parámetro es menos sensible para el estudio de la fragilización por hidrógeno, como puede observarse en la figura 4. En dicha figura están representados los valores de carga relativa del mismo material GA, ensayado por los dos métodos. Esta metodología de rotura se repitió también con los tendones de mayor espesor de capa galvanizada (GB).

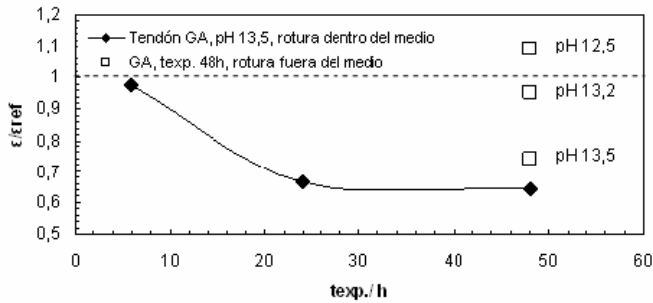


Figura 3. Elongación relativa del Tendón (GA) al 80% de carga máx. en pH 13,5 y varios t de exposición. Métodos 1 y 2.

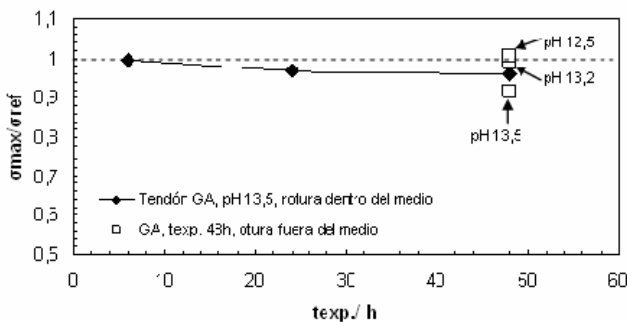


Figura 4. Carga máxima relativa del Tendón (GA) al 80% de carga máx. en pH 13,5 y varios t de exposición. Métodos 1 y 2.

La figura 5 muestra los valores de pérdida de elongación relativa de los alambres de mayor espesor de capa (GB) en ensayos de tracción, en el pH más alcalino (pH 13,5) durante un tiempo de exposición previo de 6 y 48h, comparados con los obtenidos en los alambres de menor espesor de capa (GA).

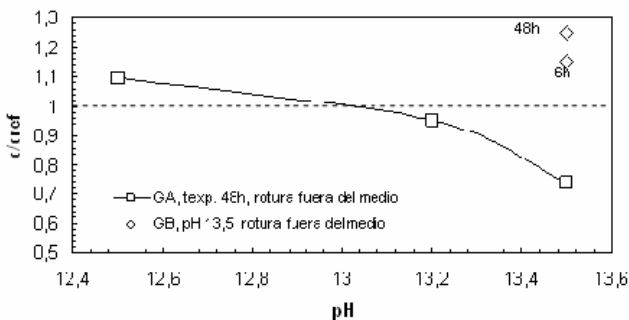


Figura 5. Elongación relativa de los tendones GA y GB ensayado a diferentes pH y tiempo de exposición. Método 2.

En ninguno de los alambres de GB se detectó una pérdida significativa en los valores de elongación y tampoco se produjo la rotura en la zona de exposición al medio alcalino, al contrario de lo detectado con los alambres GA.

En la figura 6 se han representado los valores de carga relativa de los dos tendones galvanizados usando el mismo tipo de ensayo (rotura en aire), en este caso también las variaciones son poco significativas.

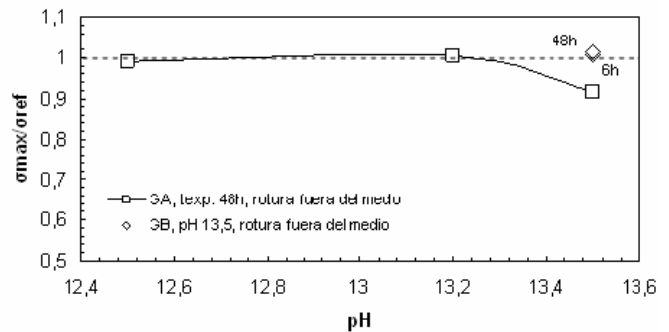


Figura 6. Carga relativa de los tendones GA y GB ensayado a diferentes pH y tiempo de exposición. Método 2.

Lo resultados de ambos métodos experimentales son determinantes para estudiar la influencia del espesor de la capa de galvanizado frente al riesgo de fragilización por hidrógeno. Mientras con el Método 1 se detectan pérdidas en las propiedades mecánicas, con el Método 2 sólo se detecta fragilización en los tendones de menor espesor de capa (GA). Esto es debido a que en el Método 1, además del hidrógeno acumulado en el tendón durante la etapa previa de exposición, hay otra etapa durante la rotura a tracción lenta en el medio alcalino, que también contribuye a la fragilización. Esta etapa se inicia cuando el acero está en la zona plástica, ya que en esta zona al aumentar la elongación del acero aparecen unos defectos (micro-grietas) en la capa de galvanizado debido a su menor ductilidad. Estos defectos dejarían al descubierto el acero base, que al estar en el medio alcalino el hidrógeno generado tendría mayor facilidad para penetrar dentro del acero expuesto. Por otro lado, se produciría la activación de una pila galvánica, tal como se describió en [17], esta pila contribuiría a una intensificación del proceso de generación de hidrógeno.

El Método 2 pone de manifiesto la importancia de la capa de galvanizado con respecto a la fragilización del acero. Mientras que con el espesor de capa de 134μm no aparece ningún indicio de fragilización; en tendones con espesores de capa menores (11μm) sí se ha detectado riesgo de fragilización. Este hecho podría estar relacionado con la difusibilidad de hidrógeno en el Zn, la cuál sería menor al aumentar el grosor de la capa. El Método 2 sería, por lo tanto, más representativo para el caso estudiado, ya que el período de generación de hidrógeno sobre el galvanizado no es permanente y en la realidad el acero esta expuesto al 80% de su carga de

rotura. La etapa previa de 48 horas de exposición al medio es suficientemente representativa.

En la figura 7 se resumen los valores relativos de elongación máxima a rotura del tendón GA y GB donde se aprecia el efecto de la fragilización con el tipo de material y el tipo de ensayo.

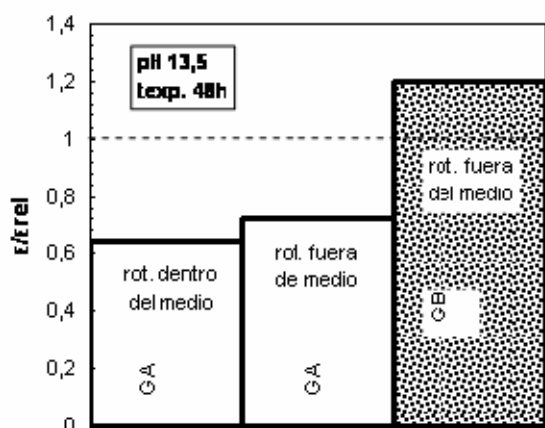


Figura 7. Comparación de los valores obtenidos para los tendones con galvanizado GA y GB, en pH 13.5 y tiempo de exposición al medio de 48h.

4. CONCLUSIONES.

- La penetración de hidrógeno dentro del material depende del espesor de la capa de galvanizado del material, siendo mayor cuanto menor es el espesor del recubrimiento.
- El riesgo de fragilización por hidrógeno es proporcional al tiempo de exposición a la fuente de generación de hidrógeno en la superficie del galvanizado.
- La exposición al medio alcalino durante un tiempo predeterminado al 80% de carga y posterior rotura al aire es capaz de identificar riesgo de fragilización y diferencia en función del tipo de galvanizado.

AGRADECIMIENTOS.

Los autores desean agradecer al Proyecto de Plan Nacional BIA2004-02239 por la financiación de este estudio. Así mismo F.J. Recio desea agradecer al Ministerio de Educación y Ciencia su beca FPI.

REFERENCIAS

[1] KWJ Treadway, B.L. Brown y R. N. Cox "The Durability of Galvanised steel in Concrete" Conf. on corr. of steel in concrete. Bel Harbour. Florida. Diciembre 1978.

[2] I. Cornet, T. Ishikawa y B. Bresier "The mechanis of steel corrosion in concrete structures" Mat. Prot. 7, 3, 1968, 44.

[3]. J. A. González, R. Vargas y C. Andrade "Revisión sobre el comportamiento de las armaduras galvanizadas en el hormigón". Hormigón y Acero nº 124, 1977 (133-132).

[4]. J.A. González, G. Jáuregui, A.J. Vázquez y C. Andrade "Effect of coating structure on corrosion kinetics of galvanized reinforcement in concrete" Materieux et Constructions. Vol. 17, nº102 1984 (409-414).

[5] M. Brachet and A. Rahariaivo, Des aciers a haute resistance galvanises utilisables comme armatures de beton precontrainte, Mat et Const., v 48, n 46 (1975)323-327

[6] M. Brachet and A. Rahariaivo, "Use of high strength hot-dip galvanised stee as prestressing tendons, Symp FIP El Escorial, Madrid (1981)

[7] A.R. Coe, High strength galvanised steel wire in prestressed concrete, Galvanised reinforcemen for concrete, II ILZRO, May (1981)

[8] A. Raharinaivo, Experimental use of galvanised prestressing steel for stiffening the roquemaure bridge, II ILZRO, May (1981)

[9] M. Pourbaix, Lectures on electrochemical corrosion, (Chp.4) Plenum Press, london (1973), pp 143

[10] uNE-En ISO 15630-3, "Acero para el armado y pretensado del hormigón. Métodos de ensayo. Parte 3: Acero para pretensado". Febrero 2003.

[11]. M.T. Blanco, C. Andrade and A. Macias. "SEM study of the corrosion products of Galvanized Reinforcements Immersed in Solutions in the pH Range 12.6 to 13.6" Br. Corrosion. J., 1984, Vol. 19, Nº1.

[12] R. Yeomans, "Galvanized steel reinforcement in concrete". ed. Elsevier,2004. Charper 4

[13] L. Gaillet, O. Blondelle, «Rapport d'étude nouveaux alliages de internal Reference» GR000015363, 2005.

[14] F.J. Recio, L. Gaillet and MC. Alonso, 2007 "Corrosión de tendones galvanizados en medios alcalinos. Evaluación del riesgo de fragilización por hidrógeno". An Mecánica de Fractura. vol2

[15] R. Yeomans, "Galvanized steel reinforcement in concrete". ed. Elsevier,2004. Charper 5

[16] M. Castellote, J. Fulla, P.G. de Viedma, C. Andrade, C. Alonso, I. Llorente, X. Turrillas, J. Campo, J.S. Scheweitzer, T. Pillane, D. Livingston, C. Rolf and H. W. Becker. "Hydrogen embrittlement of high strength steel by nuclear resoanace analysis and neutron diffraction" Nuclear Inst. and methods in physical research, Sect. B, v 259 (2007) 975-983.

[17] MC. Alonso, F.J. Recio, M. Sánchez, D. Raney, J. Fulla. "Corrosión de armaduras galvanizadas expuestas a solitaciones fisico-mecánicas". XXIII Encuentro del Grupo Español de Fractura, Albarracín, Marzo 2006.

ANÁLISIS DE LA VELOCIDAD DE DEFORMACIÓN LOCAL EN EL FONDO DE UNA FISURA REDONDEADA

E. A. Jáñez¹, J. Toribio²

¹Ingeniería de Materiales. Universidad de Salamanca.
E.P.S., Campus Viriato, Avda. Requejo 33, 49022 Zamora.
E-mail: ealvar1@roble.pntic.mec.es

²Ingeniería de Materiales. Universidad de Salamanca.
E.P.S., Campus Viriato, Avda. Requejo 33, 49022 Zamora.
E-mail: toribio@usal.es

RESUMEN

En este trabajo se analiza la relación entre las velocidades de deformación *local* (fondo de fisura) y *global* (extremos de probeta) en una geometría fisurada constituida de un material elastoplástico con endurecimiento por deformación. Para analizar dicha velocidad de deformación *local* se realiza un cálculo elástoplástico, mediante el método de los elementos finitos, del proceso de sollicitación sobre una geometría fisurada, modelizando la fisura como una entalla de radio muy pequeño, y escogiendo el radio en el fondo a partir los datos suministrados por la bibliografía científica en lo que se refiere a aceros de alta resistencia. El trabajo concluye que la relación entre ambas velocidades llega a ser de dos órdenes de magnitud y que los mayores valores no se producen en el frente de fisura (entalla) , sino en zonas periféricas.

ABSTRACT

This paper analyzes the relationship between the *local* strain rate (crack tip) and the *global* one (ends of specimen) in a cracked geometry constituted of a elastic-plastic strain-hardening material. To analyse this *local* strain rate an elastic-plastic calculation, using the finite element method, is performed of the loading process on a cracked geometry, where the crack is modelled as a very sharp notch, choosing the radius at the notch root from scientific bibliography data referring to high strength steel. The study comes to the conclusion that the relationship between both strain rates is as high as two order of magnitude and the highest values do not take place at the crack (notch) tip but in the periphery.

PALABRAS CLAVE: Corrosión bajo tensión, Velocidad de deformación local, Redondeo de extremo de fisura

1. INTRODUCCIÓN

La fisuración por corrosión bajo tensión (CBT) es una de las principales causas de rotura de los elementos estructurales en ingeniería (aeronáutica y aeroespacial, civil, naval, nuclear...). No se conocen aún todos los mecanismos de fractura por CBT y se buscan modelos que expliquen el conjunto de la fenomenología existente. Sin embargo no cabe duda del importante papel que desempeña la velocidad de deformación local (en la punta de la fisura).

Existe un amplio conjunto de variables que afectan a la CBT: material, medio y estado tenso-deformacional. Además se ha tener en cuenta que estas variables con frecuencia son dependientes del tiempo, dando lugar a un complejo problema para el cual aún no existen soluciones globales.

De este modo y aunque en general el ambiente agresivo es perjudicial para la vida en servicio de una estructura fisurada, se ha demostrado [1] que en aceros perlíticos de alta resistencia y diferentes grados de trefilado la tenacidad de fractura en ambiente agresivo es mayor que en aire cuando se trabaja en régimen de pH=12,5; potencial E = -650mV ECS. La explicación de esta aparente contradicción (la oxidación de la fisura beneficia el comportamiento en CBT) se debe al efecto del redondeo de la punta de la fisura [2,3].

Es conocido que dichos fenómenos de CBT dependen claramente del tiempo y por ende de variables temporales, habiéndose fijado la velocidad de deformación local en la punta de la fisura como la variable clave que gobierna los procesos de CBT en sus diversas modalidades o variantes [4-6].

La *disolución anódica localizada* (DAL) es el mecanismo habitual en régimen anódico. Este proceso se da generalmente por oxidación y pasivación de la capa más externa, ruptura de dicha capa por deformación (debida al ensayo) y posterior pasivación, lo cual sería un proceso por pasos de dicho efecto de redondeo. Se entiende así la importancia que tiene una magnitud como la velocidad de deformación local, en la punta de fisura, por su papel en el control del tiempo de ruptura de la capa pasiva y así se ha observado [7] que existe una velocidad de sollicitación en la que el daño es mayor, por encima de ella no hay tiempo suficiente para la disolución y por debajo de ella tarda en romperse la capa pasiva.

La *fisuración asistida por hidrógeno* (FAH) o *fragilización por hidrógeno* (FE) es el mecanismo más básico en régimen catódico y consiste en una absorción y difusión del hidrógeno producido en la reacción química de oxidación-reducción (reducción del agua dando anión hidróxido e hidrógeno gas) que una vez dentro del material produce una fragilización en la zona próxima al fondo de la fisura. Este proceso es dependiente del tiempo en el sentido que lo es la difusión de hidrógeno dentro del material, difusión que depende, además de la concentración de H en el ambiente, del estado tenso-deformacional en las proximidades del extremo de la fisura. De ahí la importancia que tiene la velocidad de deformación *local* en estos procesos. La FAH resulta un mecanismo muy peligroso y así se ha encontrado [1] que la tenacidad de fractura de aceros perlíticos de alta resistencia se reducía prácticamente a la mitad.

Somerday y Gangloff [8] observaron en aleaciones de Titanio con diferentes microestructuras que en soluciones clorhídricas disminuía su resistencia ante la fractura a distintas velocidades de sollicitación produciéndose fragilización por H en microestructuras que en otras situaciones eran resistentes y en las cuales la zona de proceso afectada por el hidrógeno aumentó como consecuencia del aumento de la velocidad de deformación *local* en el extremo de la fisura.

Numerosos estudios tanto de carácter teórico (ya sean analíticos [9] o numéricos [10]) como experimentales [8,11,12] han contribuido a esclarecer la velocidad de deformación *local* en la punta de la fisura como una variable relevante que gobierna los procesos de CBT tanto en DAL como en FAH.

Se han hecho diversas aportaciones al cálculo de la velocidad de deformación *local* en el extremo de la fisura en función de la velocidad de sollicitación *global* (extremos de probeta) bajo distintas hipótesis y para materiales con distintos comportamientos.

Toribio [9] propuso un método para estimar dicha variable local basándose en una aproximación lineal del campo de tensiones en la vecindad de la punta de la

fisura, encontrando que los resultados experimentales en FAH tanto en probetas entalladas como en probetas prefisuradas concordaban bien con los planteamientos teóricos.

Rice y Sorensen [13] analizaron la velocidad de deformación en la punta de una fisura en crecimiento en sólidos elastoplásticos, encontrando que depende de dos aspectos mecánicos: la velocidad de crecimiento de la fisura y de la variación de un parámetro que describe la carga externa (integral J). En este sentido se conocen relaciones que aunque son usuales en la literatura científica no explican todos los fenómenos observados.

Por otra parte se encontró [11] que en metales con endurecimiento por deformación en condiciones de plastificación generalizada se podía encontrar una relación lineal entre la velocidad de deformación local y la velocidad de sollicitación.

También se encontró [14] una relación potencial (4ª potencia) entre la velocidad de deformación local y el factor de intensidad de tensiones para acero inoxidable 304 bajo carga constante.

Ahora bien, no sólo en fenómenos CBT tiene importancia el conocimiento de la velocidad de deformación local en la punta de la fisura, y así en el diseño LBB (*leak-before-break*) es de vital importancia el conocimiento de parámetros adicionales del comportamiento en fractura de materiales sometidos a distintas velocidades de sollicitación. Pero la velocidad de sollicitación sólo es una forma enmascarada de hablar de la velocidad de deformación local [11]

Teniendo en cuenta la importancia puesta de manifiesto en procesos CBT de la velocidad de deformación local en este trabajo se analiza dicha variable en el extremo de una fisura modelizada a partir de una entalla de radio muy pequeño tomado de la bibliografía existente para aceros perlíticos de pretensado. Además se modificará dicho radio para ver su influencia.

2. PLANTEAMIENTO

El problema de simulación mediante un análisis por el método de los elementos finitos, MEF, a través de un programa comercial, trata de calcular en una placa fisurada (modelizada a partir de una microentalla de contorno circular de radio muy pequeño) la velocidad de deformación *local*, en la punta de la fisura, y compararla con la velocidad de deformación *global*, a medida que se desarrolla un ensayo.

Asimismo se analiza el perfil de velocidad de deformación *local* en puntos significativos del borde de la fisura, tomados a $\theta=45^\circ$ y $\theta=90^\circ$ (siendo θ el ángulo polar). Para completar el estudio se analiza la influencia del valor del radio de la microentalla variando en un orden de magnitud mayor o menor el radio de partida para cuantificar el efecto del redondeo.

2.1. Material y geometría

Los datos que se incorporan al cálculo por el MEF se corresponden con un acero perlítico usado como material base para la obtención, por trefilado, de acero de pretensado.

Para estos aceros el módulo de elasticidad es de 197 GPa y el coeficiente de Poisson 0,3 [6].

La geometría a considerar es la de una placa rectangular de espesor unidad, 375 mm de ancho y 1500 mm de largo, que se correspondería con la sección central de un redondo de acero con una fisura de borde. Esta fisura, en la placa, guarda la relación $a/D=0.2$, siendo a la longitud de la fisura y D el ancho de la placa. Aprovechando la simetría, se considera 1/2 de la placa con las condiciones de contorno correspondientes. Los cálculos se realizan por tanto con la condición de deformación plana y para conseguir la mejor aproximación posible se procederá con actualización de la geometría (*formulación lagrangiana actualizada*) e hipótesis de grandes desplazamientos.

Se descartaron otras geometrías de la microentalla distintas de la forma semicircular pues para este tipo de materiales, bajo las hipótesis de deformaciones plásticas a pequeña escala y de actualización geométrica se comprobó mediante cálculo numérico, MEF, que la forma inicial de la punta de la fisura apenas influye [15]. El efecto del redondeo se analiza por tanto para 3 radios distintos de 3 órdenes de magnitud sucesivos de valor 0.25, 2.5 y 25 μm respectivamente, siendo el valor intermedio (2.5 μm) el tomado de la literatura científica [3] para aceros de alta resistencia.

Para la geometría que se pretende modelizar, es decir una fisura de borde en una placa, la relación $\text{FIT}-\sigma$ se tomó según H. Tada [16] con un error menor del 0,5%.

Las propiedades mecánicas y relaciones geométricas son las que aparecen en la Tabla 1.

Tabla 1. Propiedades mecánicas y relaciones geométricas del acero.

L (mm)	D (mm)	σ_R (GPa)	K_{IC} ($\text{MPam}^{1/2}$)	$\sigma_{0.2}$ (GPa)
1500	375	1.175	60	0.686

2.2. Mallado

Para el cálculo mediante el MEF se ha discretizado el dominio tomando como elementos cuadriláteros de

cuatro nodos en toda la malla, cuyo aspecto es como aparece en la figura 1. Los detalles del mallado en el fondo de la fisura aparecen mostrados en zoom progresivo en las imágenes de la figura 2.

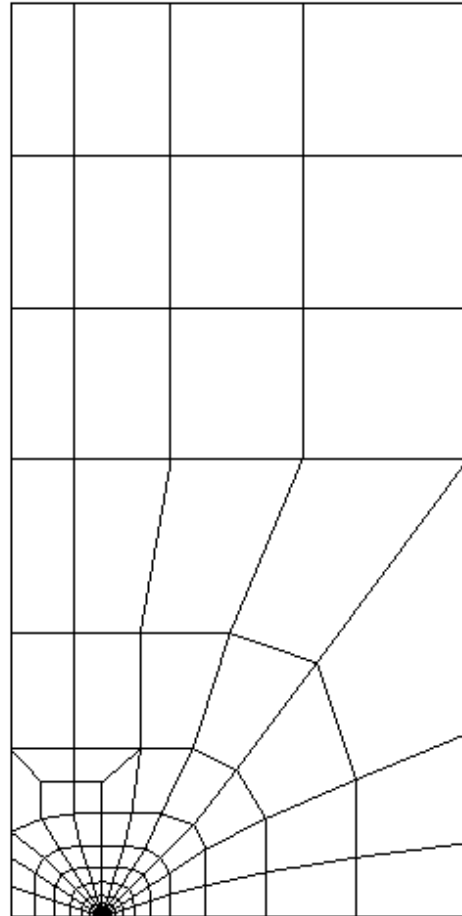


Figura 1. Mallado de la placa.

Se llegó a esta malla después de un análisis de convergencia respecto al tamaño de la malla.

2.3. Solicitaciones

Sobre la placa fisurada con la geometría anteriormente expuesta se va a efectuar una carga lineal en función del tiempo con un desplazamiento impuesto hasta alcanzar un desplazamiento tal que suponga el valor límite de K_I .

Se analizaron las dimensiones de la zona plástica para verificar la hipótesis de cálculo relativa a deformación plástica de pequeña escala y se comprobó que dicha zona plástica queda completamente encerrada en la zona de dominio de K y que el tamaño es menor del 1% de la dimensión de la fisura.

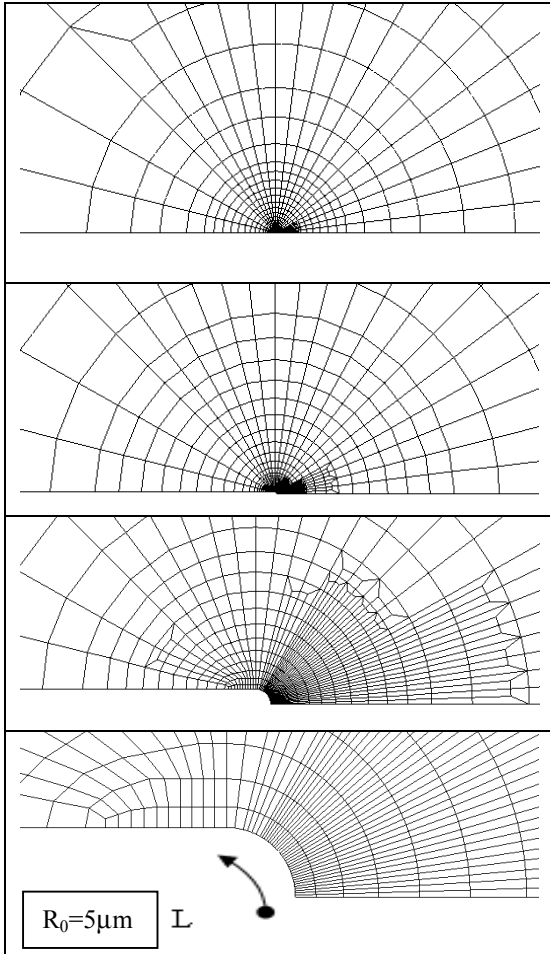


Figura 2. Imágenes progresivas de un zoom en el fondo de la fisura.

3. RESULTADOS

Dado el interés de conocer y poder comparar resultados obtenidos en la punta de la fisura se ha procedido a obtener resultados de zonas próximas a dicho extremo, sobre la piel de la fisura, que puedan caracterizar el comportamiento y para ello se ha fijado $\theta=0^\circ$, $\theta=45^\circ$ y $\theta=90^\circ$ (siendo θ el ángulo polar). También se analiza para ver el efecto del redondeo un radio de un orden de magnitud mayor: $25 \mu\text{m}$ y de un orden de magnitud menor: $0.25 \mu\text{m}$. Para mayor generalidad se ha expresado gráficamente una magnitud adimensional que caracteriza el cociente entre las velocidades de deformación *local* y *global*.

La velocidad de deformación *local* se ha calculado en la piel de la fisura en distintos ángulos polares y en distintos momentos del proceso. Teniendo en cuenta que, debido la actualización geométrica, la posición y el vector distancia entre dos puntos del material varía con el tiempo, se ha tomado como deformación la que ocurre entre dos puntos próximos en función de una posición actual y una posición anterior. Los cálculos se han realizado tomando la deformación verdadera

debido a que en la punta de la fisura se ha de trabajar con la hipótesis de grandes deformaciones.

La velocidad de deformación *local*, representada para cada instante de tiempo, i , en el primer término de la ecuación (1) se ha calculado a partir de la definición.

$$\dot{\epsilon}_L^i = \frac{\epsilon_L^{i+1} - \epsilon_L^i}{\Delta t} \quad (1)$$

Donde ϵ_L es la deformación verdadera [17] que se relaciona con la deformación ingenieril por la expresión (2)

$$\epsilon_L = \ln(1 + e_L) \quad (2)$$

Donde e_L es la deformación ingenieril y por ello los cálculos se reducen a evaluar la expresión (3)

$$\epsilon_L^i = \ln \frac{d^i}{d} \quad (3)$$

Donde d representa la distancia medida entre dos nodos consecutivos de la malla en las zonas estudiadas de la punta de la fisura y el superíndice, i , indica el instante de tiempo.

La velocidad de desplazamiento del extremo superior de la probeta es constante e igual a 0.34 mm/UTA , donde UTA indica unidades de tiempo arbitrarias.

A fin de conocer la relación que guarda dicha velocidad de deformación *local* con la velocidad de desplazamiento *global* dada por la expresión (4), constante en este trabajo, se ha representado en ordenadas como se observa en la figura 3 el cociente entre ambas, adimensionalizado por una distancia característica que se ha tomado como el ancho de placa, D . En abscisas se indica la deformación *global* como parámetro indicativo de la progresión del proceso de carga sobre la probeta.

$$\epsilon_G = \frac{l^{i+1} - l^0}{l^0} \quad (4)$$

donde l^{i+1} y l^0 representan respectivamente la longitud (largo) actual e inicial de la placa simulada que se puede ver en la figura 1.

También en la figura 3 podría haberse situado en abscisas el factor de intensidad de tensiones aplicado sobre la probeta (en porcentaje sobre el valor límite K_{IC} , tenacidad de fractura) puesto que se ha hecho coincidir el valor máximo de deformación, y por tanto de desplazamiento, con el valor correspondiente a la situación crítica o de fractura sobre la probeta, utilizando a tal fin la tenacidad de fractura, cf. Tabla 1.

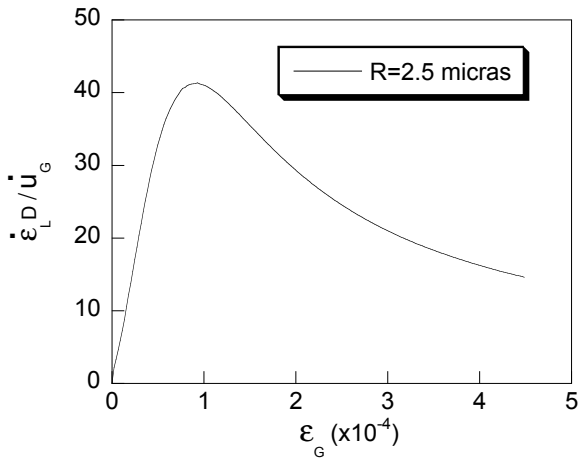


Figura 3. Relación entre las velocidades de deformación local y global frente a la deformación global.

En la figura 3 se pueden distinguir tres zonas: La primera de ellas donde el cociente de velocidades es claramente creciente y se da en los primeros momentos del proceso o ensayo simulado. Una segunda zona, pequeña en la duración del proceso, de relativa estabilidad, en la que se alcanza el máximo del cociente representado, indicando claramente que existe un valor máximo que se da aproximadamente para una deformación de 10^{-4} y que viene a corresponder con un 20 % del valor de K_{IC} . A partir de este valor aparece la tercera zona donde se da un comportamiento decreciente del ratio analizado, si bien con menor valor absoluto de la pendiente que en la primera zona.

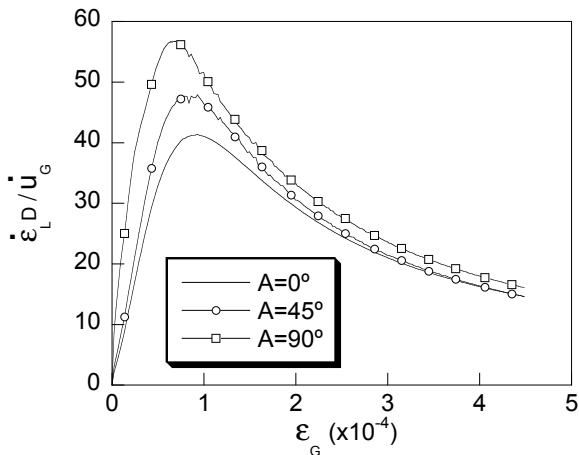


Figura 4. Relación entre las velocidades de deformación local y global frente a la deformación global para distintos valores del ángulo polar en la microentalla.

En los tres puntos analizados, que sirven para enfocar el comportamiento a lo largo de la piel de la microentalla, se aprecia un comportamiento similar como se puede ver en la figura 4. Ahora bien, en contra de lo supuesto, el valor máximo de la deformación local no se produce en $\theta=0^\circ$ es decir en la punta de la

fisura, sino en puntos próximos y periféricos a él, dándose el máximo en $\theta=90^\circ$.

Con el fin de elucidar la influencia del redondeo se realizaron cálculos similares al anterior para distintos valores del radio de la microentalla sobre una malla similar a la malla inicial con las mismas condiciones de cálculo y mismos elementos cuadriláteros de cuatro lados, con la única variación del valor del radio (con toda la modificación de geometría que ello implica a en la malla). Como puede verse en la figura 5 el comportamiento es similar a lo que sucede con el valor del radio ya analizado, si bien a medida que aumenta el valor del radio se observa por un lado un incremento del cociente analizado (es decir mayor velocidad de deformación), y también se produce el valor máximo, (segunda zona) a menores deformaciones, es decir antes en el progreso de la simulación. Sin embargo todas las gráficas tienden al mismo comportamiento para valores mayores de la deformación.

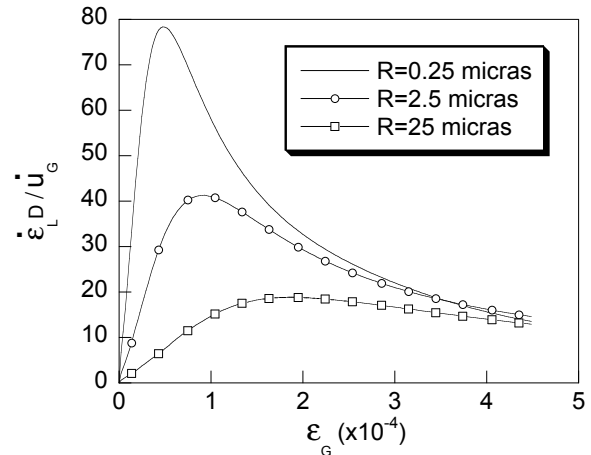


Figura 5. Relación entre las velocidades de deformación local y global frente a la deformación global para distintos tamaños del radio de la microentalla.

4. CONCLUSIONES

El cociente de velocidades de deformación local y global no presenta un comportamiento monótono a lo largo del proceso de carga hasta el valor crítico del factor de intensidad de tensiones.

El cociente de velocidades de deformación local y global presenta tres zonas a lo largo del proceso de carga: zona de rápido crecimiento, zona de cierta estabilidad y zona de decrecimiento.

El cociente de velocidades de deformación local y global en función del tamaño del radio de la microentalla que modeliza la geometría fisurada presenta un comportamiento creciente con el valor del radio y una anticipación de la zona de estabilidad a lo largo del proceso.

El frente de fisura no es la zona donde se produce el mayor cociente de velocidad de deformación *local* y *global*, sino en puntos próximos.

AGRADECIMIENTOS

Los autores desean hacer constar su agradecimiento a las siguientes instituciones: MCYT-FEDER (Proyecto MAT2002-01831), MEC (Proyecto BIA2005-08965), JCyL (Proyectos SA078/04, SA067A05 y SA111A07), Universidad de Salamanca (Proyecto USAL 2005-09) y Fundación “Memoria D. Samuel Solórzano Barruso”.

REFERENCIAS

- [1] Ovejero, E. *Fractura en ambiente agresivo de aceros perlíticos con distinto grado de trefilado*. Tesis Doctoral, Universidad de La Coruña. 1998
- [2] Chu, W.Y., Hsiao, C.M., Li, S.Q. *Scripta Metallurgica* 13, 1057-1062, 1979
- [3] Handerhan, K.J., Garrison, W.M. *Acta Metallurgica et Materialia* 40, 1337-1355, 1992.
- [4] Ford, F.P., Silverman, M. *Corrosion* 36, 597, 1980.
- [5] Hinton, B.R.W., Procter, R.P.M., *Corrosion Science* 23, 101, 1983
- [6] Abranson, G., Evans, J.T., Parkins, R.N. *Metallurgical Transactions* 16A, 101, 1985.
- [7] Sánchez-Gálvez, V., Caballero, L., Elices. M. ASTM STP 866, 428-436, 1985
- [8] Somerday, B.P., Gangloff, R.P. *Materials Science & Engineering* A254, 179-188, 1998.
- [9] Toribio, J. *Corrosion Science* 39, 1687-1697, 1997.
- [10] Lu. P.C., *Nuclear Engineering and Design* 205, 227-240, 2001.
- [11] Yoon, J.H., Lee, B.S., Oh, Y..J. Hong, J.H. *Pressure Vessels and Piping* 76, 663-670, 1999.
- [12] Congleton, J., Parkins, R.N. *Nuclear Engineering and Design*, 103, 301-311, 1987
- [13] Rice. J.R., Sorensen, E.P. *Journal of the Mechanics and Physics of Solids* 26, 163-186, 1978.
- [14] Ford, F.P, EPRI Final Report NP-5064M, Electric Power Research Institute, Palo Alto, 1987.
- [15] McMeeking, R.M., *Journal of the Mechanics and Physics of Solids* 25, 357-381, 1977.
- [16] M. Elices. *Mecánica de la fractura aplicada a sólidos elásticos bidimensionales*. ETSI Caminos Madrid, 1998.
- [17] W. Johnson, P.B. Mellor. *Engineering Plasticity*. Ellis Horwood Ltd., Publishers, Chichester, 1983.

PANDEO DE UNA COLUMNA CORTA DE CHAPA

A. Martín-Meizoso¹, J.M. Martínez-Esnaola¹

¹CEIT y TECNUN (Universidad de Navarra),
Paseo de Manuel Lardizábal 15,
20018 San Sebastián. España.
E-mail: ameizoso@ceit.es
E-mail: jmesnaola@ceit.es

RESUMEN

¿Cuál es la forma de la sección de una chapa doblada para dotarla de la máxima resistencia a compresión? Se demuestra que una sección en forma de parábola abierta de 4º grado es un 41% más resistente que una sección tubular de igual espesor y peso.

ABSTRACT

What is the optimum cross-section for a compression member built/bent from a plate of a given thickness and area? It is shown that a 4th degree parabolic shape is 41% better than a tubular section of the same thickness and weight.

PALABRAS CLAVE: Pandeo, columnas, elementos compresivos, momentos de inercia.

1. INTRODUCCIÓN

El pandeo es un serio problema de ingeniería, fundamentalmente porque es un modo de fallo catastrófico: el pandeo es una forma de fallo no estable; por lo que se le ha prestado una especial atención desde tiempos muy remotos. El diseño de una columna, cargada en compresión, no debería ser un problema si la columna es lo suficientemente gorda (y pesada) como para evitar el fallo a compresión (en este caso sólo importa el área de la sección y su forma es irrelevante), y lo suficientemente corta como para evitar el pandeo (ahora la forma de la sección importa). Sin embargo los arquitectos e ingenieros necesitan columnas y pilares cada día más ligeros y baratos.

Una columna cilíndrica y esbelta biarticulada en sus extremos, cargada en compresión paralela a su eje de revolución, pandea con una carga crítica calculada por Euler [1,2]:

$$P_{crit} = \frac{\pi^2 EI}{H^2} \quad (1)$$

en donde E es el módulo elástico o módulo de Young del material de la columna, H es su altura e I el menor de los momentos de inercia de su sección transversal, a través de su centroide. Si el material de que se hace la columna (E) y su altura (H) son condiciones impuestas, la única forma de aumentar la resistencia a compresión de la columna es aumentando el mínimo momento de inercia de su sección transversal. Mejor aún si lo hacemos máximo.

En aquellos casos en los que las condiciones de los

extremos de la columna no sean biarticulados, la expresión (1) se modifica, cambiando H por una H_{eff} (como se describe en cualquier texto de Resistencia de Materiales, por ejemplo [3]).

Si la sección transversal de columna debe ser convexa (columnas macizas), no hay duda de que la mejor elección para la sección es un triángulo equilátero (como conjeturó Keller [4]). Su mínimo momento de inercia es un 20% mayor que la correspondiente a la sección circular (y muy frecuente en la práctica). También es posible optimizar la distribución de un volumen dado de columna, variando la sección con la altura a lo largo de la columna. La columna óptima tiene la mayor sección en su mitad y se afina hacia los extremos, acabando en unos extremos redondeados (véase Keller [4]). Esta es por tanto la mejor columna posible: la más resistente a compresión, *si se requiere una columna convexa*.

Pero, ¿por qué convexa? Pues porque el mínimo momento de inercia, I , de una sección no convexa (cóncava) puede hacerse tan grande como se desee. Por ejemplo: un tubo hueco (no convexo) puede expandirse, incrementando su radio y adelgazando la pared (si su sección está impuesta) y, de esta manera, su mínimo momento de inercia, I , se hace tan grande como se desee. O, por ejemplo, dividiendo la sección en 3 ó 4 patas separadas, como puede verse en cualquier torre eléctrica. Por tanto Keller afirma que: “*el problema de encontrar la columna más resistente sólo tiene sentido si se limita la búsqueda a las formas convexas*”.

2. SECCIONES NO CONVEXAS

Los autores discrepan de la anterior afirmación. Por ejemplo, tiene sentido preguntarse cuál sea la mejor columna que puede conformarse doblando una chapa, de espesor constante y anchura dada. En resumen, hay otras formas de acotar las formas cóncavas (por ejemplo, Cox y Overton [5] proponen acotar el perímetro de la sección). Y además son formas mucho más eficientes que las macizas. Por ejemplo, Cox y Overton [5] proponen una sección, con forma de estrella de cuatro puntas, que es tres veces más eficiente que el triángulo equilátero de igual área.

Las paredes delgadas presentan problemas adicionales de pandeo local y arrugado que limitan sus aplicaciones prácticas, pero permítasenos de momento limitar nuestras indagaciones a: cuál sea la sección óptima para un área dada.

La primera respuesta que se nos puede ocurrir es un tubo, en donde toda el área se sitúa lo más lejos posible del centroide de la sección. Su mínimo (y a la vez máximo) momento de inercia es:

$$I = \frac{\pi}{4} [R^4 - (R-t)^4] \quad (2)$$

en donde t representa el espesor de la pared y R el radio exterior del tubo.

Obsérvese que si abriéramos el tubo a lo largo de una generatriz, no habría ninguna diferencia en lo concerniente a los momentos de inercia de la sección transversal. Podría ser un problema si pretendemos flexionar el tubo, pues no seríamos capaces de transmitir esfuerzos cortantes a través de esa generatriz abierta. Pero en lo concerniente a la teoría de Euler sobre pandeo de formas esbeltas, no hay ninguna diferencia. Obsérvese que al abrir el tubo también se destroza su comportamiento a torsión, pero esto también es un problema distinto.

Permítasenos abrir el tubo, formando una columna con forma de C. A primera vista parece una idea desafortunada, pues los extremos abiertos pandearán locamente (“flamean”), pero de acuerdo con las ecuaciones de Roark [6], se tiene:

$$I_{\max} = R^3 t \left[\left(1 - \frac{3t}{2R} + \frac{t^2}{R^2} - \frac{t^3}{4R^3} \right) \left(\alpha + \sin \alpha \cos \alpha - \frac{2 \sin^2 \alpha}{\alpha} \right) + \frac{t^2 \sin^2 \alpha}{3R^2 \alpha (2 - t/R)} \left(1 - \frac{t}{R} + \frac{t^2}{6R^2} \right) \right] \quad (3)$$

$$I_{\min} = R^3 t \left(1 - \frac{3t}{2R} + \frac{t^2}{R^2} - \frac{t^3}{4R^3} \right) (\alpha + \sin \alpha \cos \alpha)$$

en donde α es el semiángulo abarcado por el arco de circunferencia (como muestra la figura 1). Si

imponemos la condición de que el área de la sección sea dada, e igual a A , tendremos:

$$A = R t \alpha \quad (4)$$

En donde el radio y el (semi)ángulo abarcado son ahora variables ligadas (no independientes). La figura 1 muestra, para la condición (4), que el mayor mínimo momento de inercia (línea continua inferior) se presenta para un semiángulo de unos 150° . No es mucho más grande que para el tubo cerrado,... pero lo es. La razón que lo explica es que al abrir el tubo hemos aumentado su radio y el área de la sección se sitúa ligeramente más lejos del centroide.

En la figura 1, los momentos de inercia se muestran normalizados de la siguiente manera:

$$I_{\text{normalizada}} = \frac{I}{2tL^3} \quad (5)$$

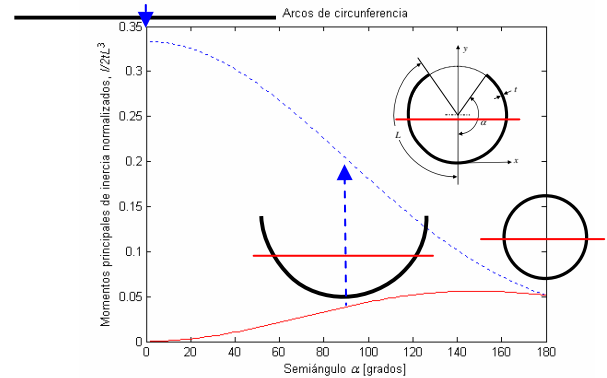


Figura 1. Máximo (en línea a trazos, por arriba) y mínimo (en línea continua, debajo) momentos de inercia de arcos de una circunferencia. Desde una chapa plana, de espesor y anchura constantes, doblada hasta conformar un tubo cerrado.

donde t es el espesor de la chapa y L su semilongitud (o semilongitud de la sección transversal). Las razones para esta normalización se harán evidentes más adelante.

Al abrir el tubo también hemos “abierto la caja de Pandora”: por qué no seguir desplazando los dos extremos abiertos aún más lejos del centroide, para incrementar su momento mínimo de inercia (abandonando la geometría de sectores de circunferencia). El problema podríamos describirlo como: ¿Cuál es la mejor forma que podría adoptar un segmento de longitud ($2L$) para tener el mayor mínimo momento de inercia?

Podemos imaginarlo como un collar de perlas o un rosario de cuentas (puntos donde se concentra el área), situados a una distancia constante entre ellas. La pregunta ahora es dónde deberemos situar las cuentas para maximizar su (mínima) inercia.

Keller [4] demuestra que la sección óptima tiene iguales el mínimo y el máximo momento de inercia. Si no fuera el caso, bastaría con redistribuir el área para perder un poco de la máxima inercia en beneficio de la mínima; de esta manera incrementaríamos la mínima inercia de la sección. Por tanto, buscamos una sección que tiene su elipsoide de inercia con la forma de un círculo. En otras palabras, cumple que $I' = I$. En donde I' representa el máximo momento de inercia, e I el mínimo. Obsérvese que la sección circular maciza, que sin duda es muy frecuente en postes, troncos de árbol, columnas en edificios, etc. aún verificando la condición de tener un círculo como elipsoide de inercia (isoinercia), es la peor de las soluciones posibles (toda el área concentrada lo más cerca posible del centroide). Sin duda las cañas y las columnas tubulares (como se observa en los huesos largos) son soluciones mucho más eficientes frente al pandeo.

Es importante darse cuenta que la isoinercia no implica una doble simetría de la sección. Las secciones doblemente simétricas (como la estrella de 4 brazos propuesta por Cox y Overton [5] u otras dobles simetrías: Datta y Deb [7]) sin duda verifican la isoinercia, pero otras secciones también son posibles.

Hasta donde los autores somos capaces de imaginar, una simetría polar (antisimetría) no ayuda en absoluto a hacer máxima la mínima inercia de la sección: si la sección es continua siempre habrá algo de área situada en el centroide y cerca de él, mejor sería si esta área estuviera lo más alejada posible. Mejor buscaremos en secciones simplemente simétricas. Para simplificar las cosas situaremos el centro de la cadena (rosario de cuentas) en el origen de coordenadas y doblaremos los brazos hacia arriba simétricamente. Los momentos principales de inercia serán:

$$I_y = 2t \int_0^L x^2 ds, \quad I_x = 2t \int_0^L (y - y_g)^2 ds \quad (6)$$

en donde y_g representa la ordenada del centro de gravedad:

$$y_g = \frac{1}{L} \int_0^L y ds \quad (7)$$

La condición de isoinercia implica:

$$\int_0^L x^2 ds - \int_0^L \left(y - \frac{1}{L} \int_0^L y ds \right)^2 ds = 0 \quad (8)$$

El problema parece sencillo, pero los autores han sido incapaces de resolverlo analíticamente. Sin embargo una resolución numérica siempre es posible. Volviendo sobre la analogía del collar de perlas, podemos elegir el número de perlas/cuentas, n , que situaremos a uno y otro lado (brazos izquierdo y derecho). La

ordenada/altura del centroide es:

$$y_g = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^n y_i \quad (9)$$

y los momentos principales de inercia:

$$I_y = \frac{2tL}{n} \sum_{i=1}^n x_i^2, \quad I_x = \frac{2tL}{n} \sum_{i=1}^n (y_i - y_g)^2 \quad (10)$$

La inercia propia de cada cuenta se ha despreciado, pues pretendemos calcular un gran número de cuentas (calcularemos $n = 25\,000$ cuentas), con lo que la inercia propia de cada cuenta resultará despreciable.

Se pueden elegir las coordenadas de cada cuenta x_i e y_i , (tenemos entonces $2n$ grados de libertad) pero la distancia entre cada dos cuentas consecutivas viene impuesta:

$$\frac{L}{n} = \sqrt{(x_{i+1} - x_i)^2 + (y_{i+1} - y_i)^2} \quad (11)$$

y para la primera cuenta de cada rama, $i = 1$, la condición de contorno es la mitad de esa distancia al origen de coordenadas:

$$\frac{L}{2n} = \sqrt{x_1^2 + y_1^2} \quad (12).$$

Las ecuaciones (11) y (12) representan una condición por cuenta, con lo que el número de grados de libertad se reduce a n . Si elegimos como variables independientes las pendientes de cada segmento, que une dos cuentas consecutivas, con la horizontal, tendremos:

$$x_i = \frac{L}{n} \sum_{j=1}^i F_j \cos \alpha_j, \quad y_i = \frac{L}{n} \sum_{j=1}^i F_j \sin \alpha_j, \\ F_j = \begin{cases} 1/2 & \text{if } j = 1 \\ 1 & \forall j \neq 1 \end{cases} \quad (13).$$

La ordenada del centroide y los momentos principales de inercia quedan ahora:

$$y_g = \frac{L}{n^2} \sum_{i=1}^n \sum_{j=1}^i F_j \sin \alpha_j \quad (14),$$

$$I_y = \frac{2tL^3}{n^3} \sum_{i=1}^n \sum_{j=1}^i F_j^2 \cos^2 \alpha_j \quad (15)$$

$$I_x = \frac{2tL^3}{n^3} \sum_{i=1}^n \left(\sum_{j=1}^i F_j \sin \alpha_j - \frac{n}{L} y_g \right)^2 \quad (16)$$

Las ecuaciones (15) y (16) hacen evidente el motivo de la normalización de los momentos de inercia por el

factor $2tL^3$. En estos momentos de inercia normalizados, la inercia de un tubo redondo (véase la figura 1) vale:

$$\frac{I_{tubo}}{2tL^3} = \frac{1}{2\pi^2} = 0.0507 \quad (17)$$

Obsérvese que la longitud desarrollada del tubo completamente abierto es $2L$.

3. ANGULARES DE LADOS IGUALES

Permítasenos ahora continuar con unos ejemplos sencillos. ¿Cuál es la mejor forma (ángulo) para una sección con forma de V? En este caso el ángulo α_i es una constante, α , luego:

$$x_i = \frac{(i-0.5)L \cos \alpha}{n}, \quad y_i = \frac{(i-0.5)L \sin \alpha}{n} \quad (18)$$

La ordenada del centroide es:

$$y_g = \frac{L \sin \alpha}{2} \quad (19)$$

y los momentos principales de inercia son

$$I_x = \frac{2tL^3}{12} \sin^2 \alpha, \quad I_y = \frac{2tL^3}{3} \cos^2 \alpha \quad (20)$$

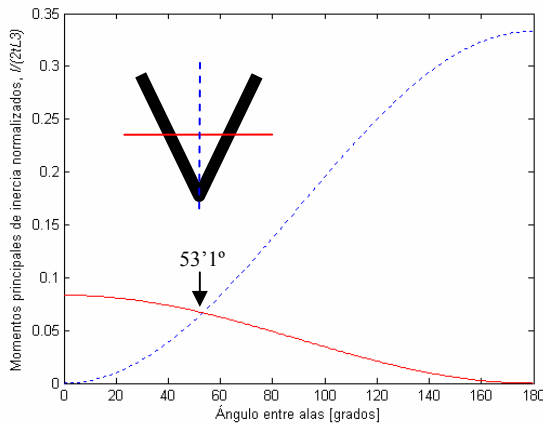


Figura 2. Momentos principales de inercia (normalizados) de secciones abiertas en V.

La figura 2 representa ambos momentos. Si ambos momentos deben ser iguales, entonces: $\alpha = \arctan 2 = 63.435^\circ = 1.1071$ radianes, y el ángulo formado entre ambos brazos es $\pi - 2 \cdot \arctan 2 = 53.130^\circ = 0.9273$ radianes. Esta V optimizada tiene los siguientes momentos principales de inercia:

$$\frac{I_x}{2tL^3} = \frac{I_y}{2tL^3} = 0.06 \quad (21)$$

Claramente superior (en un 31.6%) a un tubo de idéntico área de la sección transversal (recordemos que era 0.0507, véase la expresión (17)). Obsérvese que las

secciones en V muestran isomorfismo: es decir, las alas pueden prolongarse manteniéndose la geometría. También las derivadas de los momentos de inercia con respecto a la longitud de los brazos son constantes

$$\frac{dI_x}{ds} = \frac{dI_y}{ds} = 0.4 tL^2 \quad (22).$$

Ésta sería la mejor opción para un aumento en el tamaño del perfil, incrementando simultáneamente y en la misma medida ambos momentos de inercia. Ésta sería la forma ideal de crecer una brizna de hierba, que debe crecer muy alta, sin flexionarse en ninguna dirección. Representa de alguna manera el comportamiento asintótico: cualesquiera que sea la solución óptima, los extremos de dicha sección deberían recordar las puntas de la sección optimizada en V.

Como mera curiosidad, si analizamos los módulos de colapso plástico de la sección en V optimizada obtenemos:

$$Z_x = \frac{tL^2}{2} \sin \alpha, \quad Z_y = tL^2 \cos \alpha \quad (23).$$

Si queremos que resista igual en ambas direcciones, entonces deberán ser iguales y obtenemos de nuevo $\alpha = \arctan 2$. En consecuencia, la sección en V optimizada también es la sección más resistente al colapso plástico.

Podríamos pensar que esta columna optimizada con forma de V es la mejor solución posible para la sección de una columna: crecimos la sección desde su esquina de forma equilibrada y óptima en todos los instantes de su crecimiento. Pues no, pronto veremos secciones mejores. Un camino óptimo no garantiza alcanzar el óptimo.

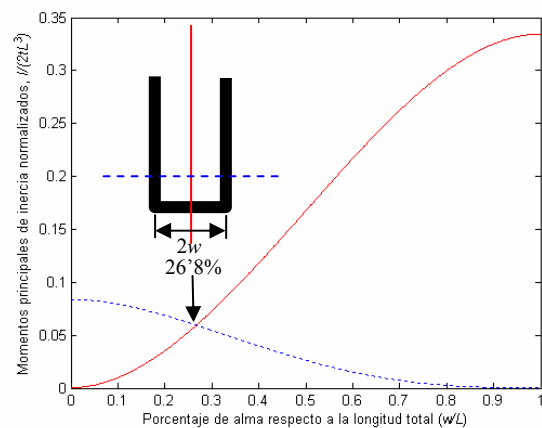


Figura 3. Momentos principales de inercia de canales con forma de C, en función de la proporción de alma en la longitud total del perfil de la sección.

4. CANALES EN C

La figura 3 muestra la situación de las secciones con forma de canal en C (caja rectangular sin uno de los

lados). La máxima inercia normalizada es 0.0594, que es mejor que la correspondiente a la geometría cerrada de tubo (recordemos que valía 0.0507), pero es peor que nuestra mejor sección en V (0.0667).

Las secciones en canal podemos hacerlas variar desde las secciones en V (sin alma entre ambos brazos que se encuentran en la esquina) hasta canales abiertas rectangulares, si variamos el ángulo entre los brazos y añadimos un alma entre ambos de longitud variable. Tendremos dos grados de libertad: la longitud del alma entre los brazos y el ángulo entre ambos.

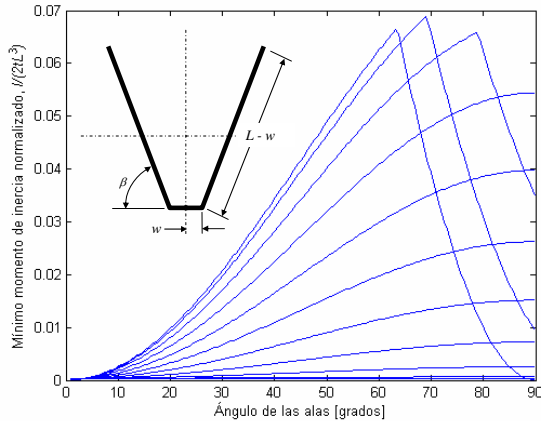


Figura 4. Momentos mínimos de inercia normalizados para canales abiertas simplemente simétricas, con diferentes longitudes de almas y ángulos de las alas. Desde la izquierda hacia la derecha, las curvas corresponden a $w/L = 0, 0.1, 0.2 \dots 1$.

La figura 4 recorre todas las estas secciones. La mejor sección (se muestra en el inserto) tiene un pequeño chaflán en la base $w = 0.096L$ y el ángulo entre los brazos y el alma es $\beta = 68.8^\circ$. Por supuesto que es mejor que sus secciones precursoras (la sección en V y la canal en C, de las figuras 2 y 3). Su inercia normalizada es de 0.0690.

5. SECCIONES CURVAS

Una vez que hemos introducido dos codos en la sección, la pregunta es: ¿Por qué no probar con 3 ó 4... o infinito número de codos (y grados de libertad)? En esencia, lo que esto significa es que podemos probar con cualquier función continua. Para las formas potenciales:

$$\frac{y}{L} = A \left(\frac{|x|}{L} \right)^n \quad (24),$$

el mejor resultado (mayor mínima inercia) se obtiene para:

$$\frac{y}{L} = 8.8949 \left(\frac{|x|}{L} \right)^{2.4} \quad (25)$$

La figura 5 nos muestra esta sección potencial óptima.

Su inercia normalizada es de 0.0713.

La mejor parábola de 2º grado es:

$$\frac{y}{L} = 5.7258 \left(\frac{x}{L} \right)^2 \quad (26)$$

Cuya inercia normalizada es 0.0711.

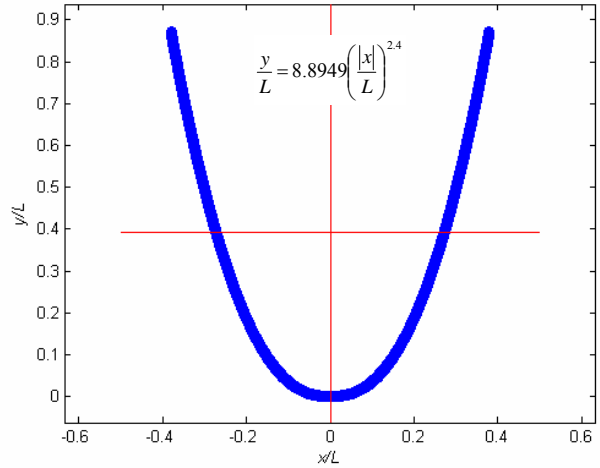


Figura 5. Sección potencial óptima. Su inercia normalizada vale: $I/(2tL^3) = 0.0713$.

Para las secciones con forma de coseno hiperbólico, su óptimo resulta ser:

$$\frac{y}{L} = 11.345 \left(\cosh \frac{x}{L} - 1 \right) \quad (27)$$

apenas ligeramente mejor que la parábola: 0.07115.

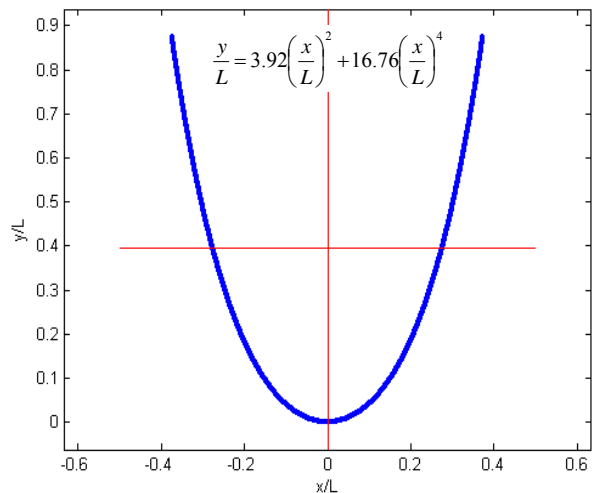


Figura 6. Sección óptima para una chapa doblada de espesor constante. Tiene una inercia: $I/(2tL^3) = 0.07132$. La ordenada del centroide es $0.3955L$. Su altura total es $y_{\max} = 0.8741L$, su anchura $2x_{\max} = 0.7473L$. Su relación alto/anchura de 1.17.

Si empleamos polinomios con un gran número de

coeficientes; estos deberían aproximar casi a cualquier forma posible. Por ejemplo, el mejor polinomio de grado doce es:

$$\frac{y}{L} = 3.92 \left(\frac{x}{L} \right)^2 + 16.76 \left(\frac{x}{L} \right)^4 \quad (28)$$

En la expresión (28) de trece coeficientes se conservan únicamente dos, porque todos los demás resultan mucho menores y despreciables. Tiene la mejor inercia normalizada 0.07132. Es la sección que se muestra en la figura 6 y es casi indistinguible de la mostrada en la figura 5. No podemos demostrar que es la mejor sección posible para una chapa, pero los autores no han encontrado nada mejor. En cualquier caso, la forma óptima apenas podría diferenciarse de la propuesta.

6. DISCUSIÓN

Se han intentado múltiples formas de optimizar la sección de una columna: algoritmos micro genéticos [8], algoritmos “evolucionantes” multi-objetivo [7]... la mayoría son demasiados próximos a los códigos de diseño: considerando pandeo locales, arrugas locales (*crippling*) [9,10]... buscan paneles permisibles desde un punto de vista ingenieril, en todos los aspectos (bi- o multi-objetivos) por los códigos de diseño [11,12]. Otros son demasiado cortos de imaginación, como para considerar secciones simplemente simétricas... y la mayoría de los ingenieros y arquitectos estarían aterrorizados con la sola idea de abrir una columna tubular, que trabaja a compresión (por supuesto que es una pésima idea si la columna es larga y esbelta, y la chapa fina).

7. CONCLUSIÓN

Se propone una sección abierta y simplemente simétrica, véase la figura 6, como la mejor solución para el diseño de una columna corta a partir de una chapa de espesor constante (de acuerdo con la expresión (28)). Su carga crítica de pandeo es un 41% superior al tubo de igual espesor y área (y peso). La chapa que conforma la columna deberá ser lo suficientemente gorda como para evitar los pandeos locales (flameo de las alas) o la columna lo suficientemente corta.

Es la mejor solución para obtener la mayor (mínima) inercia posible para una longitud y espesor dados. En consecuencia se obtiene la mayor rigidez a flexión en cualquier dirección, lo que es interesante para un poste, o un mástil, o una uña, un pico, etc.

Por el contrario, siendo la sección óptima en rigidez a flexión o en colapso plástico, dista de ser razonable en aplicaciones que requieran resistencia a torsión. Tampoco es la mejor solución de cara al límite del comportamiento elástico (plastificación), pues las tensiones son proporcionales a las distancia al plano neutro, que pasa por el centroide.

AGRADECIMIENTOS

Los autores desean agradecer la financiación recibida del Ministerio de Educación y Ciencia a través del proyecto MAT2004-01227.

REFERENCIAS

- [1] Euler, L., 1744, “Methodus inveniendi lineas [...]”, Apéndice I, «De curvis elasticis», Bousquet, Lausanne y Ginebra, Suiza.
- [2] Euler, L., 1757, “Sur la force des colonnes”, Published in *Memoires de L’Académie*, Vol. 13, Berlin, Alemania, 1759. pp. 252-282.
- [3] Gere, J.M., Timoshenko, S.P., 1984, *Mechanics of Materials*, 2nd edition, PWS Publishers.
- [4] Keller, J.B., 1960, “The Shape of the Strongest Column”, *Archive for Rational Mechanics and Analysis* 5, 275-285.
- [5] Cox, S.J. and Overton, M.L., 1992, “On the optimal design of columns against buckling”, *SIAM J. Math. Anal.* 23, 287-325.
- [6] Young, W.C., 1989, *Roark’s Formulas for Stress & Strain*, McGraw-Hill, Inc., p. 69.
- [7] Datta, D. and Deb, K., 2004, “Design of optimum cross-sections for load-carrying members using multi-objective evolutionary algorithms”, Kanpur Genetic Algorithms Laboratory, *KanGAL Report* No. 2004014, (October).
- [8] Lee, J., Kim, S.-M., Park, H.S., 2006, “Optimum design of cold-formed steel columns by using micro genetic algorithms”, *Thin-Walled Structures* 44, 952-960.
- [9] Kasperska, R., Ostwald M. and Rodak, M., 2004, “Bi-criteria optimization of open cross-section of the thin-walled beams with flat flanges”, *Proc. Appl. Math. Mech.* 4, 614-615.
- [10] Tian, Y.S., Lu, T.J., 2004, “Minimum weight of cold-formed steel sections under compression”, *Thin-Walled Structures* 42, 515-532.
- [11] Magnucki, K., Maćkiewicz, M., Lewiński, J., 2006, “Optimal design of a mono-symmetrical open cross-section of a cold-formed beam with cosinusoidal corrugated flanges”, *Thin-Walled Structures* 44, 554-562.
- [12] Magnucki, K., Rodak, M., Lewiński, J., 2006, “Optimization of mono- and anti-symmetrical I-sections of cold-formed thin-walled beams”, *Thin-Walled Structures* 44, 832-836.

MODELIZACIÓN CON ELEMENTOS FINITOS DE LA FISURACIÓN EN EL HORMIGÓN CAUSADA POR LA CORROSIÓN DE LAS ARMADURAS

B. Sanz¹, J. Planas¹, A.M. Fathy¹, J.M. Sancho²

¹Departamento 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: jplanas@mater.upm.es

²Universidad CEU-San Pablo, Escuela Politécnica Superior, Campus de Montepríncipe, Boadilla del Monte, 28668 Madrid, España.

RESUMEN

En este trabajo se presenta un estudio de la simulación de la fisuración del hormigón inducida por la corrosión de las armaduras por el método de los elementos finitos. En el estudio se combinan elementos con fisura embebida adaptable, para simular la fisuración del hormigón, con elementos junta expansivos que simulan la capa de óxido. Se describe la formulación del elemento junta expansivo y los aspectos fundamentales del comportamiento de la capa de óxido y se presentan los resultados de simulaciones en dos casos de hormigón con acero con geometrías diferentes. El estudio muestra que es imprescindible que el elemento junta sea capaz de incorporar fenómenos de despegado y deslizamiento para que la fisuración se localice adecuadamente y se liberen las tensiones en el acero.

ABSTRACT

In this work, a study of the simulation of cracking of concrete due to rebar corrosion using the finite element method is presented. In the study, elements with embedded adaptable cohesive cracks which simulate concrete cracking are used together with expansive joint elements which simulate the oxide layer. The formulation of the expansive joint element and the main aspects of the behaviour of the oxide layer are described and the results of simulations made on two cases of concrete with bars with different geometry are presented. The study shows that the expansive joint element must be able to capture debonding and sliding to achieve proper crack localization in concrete and stress relieve in steel.

PALABRAS CLAVE: Corrosión, Elementos finitos, Fisura cohesiva embebida

1. INTRODUCCIÓN

La corrosión de las armaduras es una de las patologías más importantes de las estructuras de hormigón. Cuando los agentes despasivantes penetran a través del recubrimiento de hormigón, se produce una oxidación en la superficie de la barra de acero, disminuyendo su sección, y, por tanto, su resistencia mecánica, y comprometiendo, para estados más avanzados de la corrosión, la seguridad de la estructura. Sin embargo, mucho antes de que se produzca una disminución significativa de la sección neta, la expansión volumétrica del óxido induce presiones internas que causan la fisuración del hormigón circundante a la barra, hasta la pérdida del recubrimiento [1, 2, 3, 4].

El estudio de la evolución del proceso completo requiere el análisis del transporte de los agentes agresivos a través del recubrimiento, la determinación de la cinética del complejo fenómeno electroquímico que tiene lugar en la interfaz acero-hormigón y la predicción de los efectos mecánicos de la capa expansiva de óxido en la estructura.

El presente trabajo se centra en este último aspecto del proceso, suponiendo que la capa expansiva de óxido ya está formada y que su efecto mecánico no es explícita-

mente dependiente del tiempo, sino sólo implícitamente a través de la profundidad de corrosión. Se lleva a cabo un estudio aplicando el método de los elementos finitos.

Para la fisuración del hormigón se supone un comportamiento según el modelo de fisura cohesiva propuesto por Hillerborg et al en 1976 [5], definido como se describe en [6, 7, 8, 9, 10], utilizando elementos finitos con fisura cohesiva embebida adaptable [11]. La capa de óxido se simula con un elemento de interfaz que incorpora tanto el comportamiento mecánico como el expansivo, y que denominamos *elemento junta expansiva*.

En el artículo, se describen los principios de formulación del elemento junta. A continuación, se aplica el modelo a dos ejemplos de prismas de hormigón con armaduras en su interior. El análisis de los resultados obtenidos en las simulaciones permite determinar aspectos fundamentales del comportamiento de la capa de óxido. El estudio muestra que es imprescindible que el elemento junta sea capaz de incorporar fenómenos de deslizamiento y despegado para que la fisuración se localice adecuadamente y se liberen las tensiones en el acero.

2. FUNDAMENTOS TEÓRICOS DEL ELEMENTO JUNTA EXPANSIVA

La expansión causada por una oxidación uniforme de la armadura puede simularse con facilidad mediante una pseudo expansión térmica de la barra de acero. Sin embargo, los resultados de Guzmán [12], obtenidos de cálculos independientes realizados con el mismo tipo de elementos finitos para describir la fisuración del hormigón, demuestran que si se utiliza directamente esta aproximación suponiendo adherencia perfecta entre el hormigón y el acero, la fisuración tiende a distribuirse en el volumen sin que aparezcan grietas localizadas. Sólo para estado muy avanzados de sollicitación, cuando los niveles altos de tensión alcanzan la superficie exterior del recubrimiento, llega a producirse una fisura localizada.

Resulta fundamental, para describir el fenómeno real, poder deslizar el movimiento del hormigón y del acero una vez que se forma entre ambos una capa de óxido. Para ello, entre otras posibilidades, se ha elegido utilizar un *elemento junta*, que se ha programado en una implementación particular del método de los elementos finitos denominada COFE (*Continuum Oriented Finite Elements*) que se ha desarrollado en el Departamento de Ciencia de Materiales en un entorno de programación genérica (*generic programming*) y orientada a objetos (*object oriented programming*) [11].

2.1. Características generales del modelo

El elemento junta incorpora en sí mismo el fenómeno de expansión del óxido formado con respecto al acero sano. Es un elemento de cuatro nodos, con espesor inicial cero, que se trata, en una versión inicial, como una capa sin memoria, pero con una elevada direccionalidad, y que queda definido por su longitud inicial y la normal a sus caras.

El cálculo es elástico y se desarrolla en el marco de la teoría de pequeñas deformaciones, con integración directa en los nodos, obteniéndose las fuerzas nodales ponderando por la mitad de la longitud del elemento.

El modelo está parametrizado por la profundidad de corrosión x , directamente relacionada con el espesor de la capa de óxido. Al producirse la corrosión, una capa de acero de profundidad x se transforma en óxido, cuyo volumen específico es mayor que el del acero inicial, por lo que se produce una expansión, como puede verse en la figura 1.

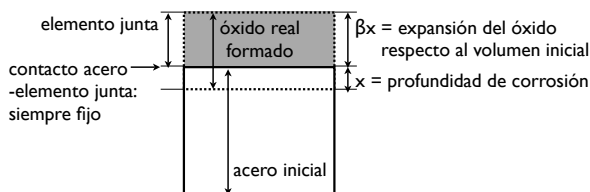


Figura 1: Croquis del elemento junta expansiva.

Esta expansión tiene un valor βx , donde β depende de la relación de los volúmenes específicos del óxido y el metal, según la expresión (1), y para el que en los cálculos se adoptará un valor igual a la unidad, acorde con los valores encontrados en la bibliografía consultada [2, 3].

$$\beta = \frac{v_{ox}}{v_{met}} - 1 \quad (1)$$

2.2. Ecuaciones del elemento

Sea \mathbf{n} la normal unitaria a la superficie del metal, \mathbf{w} el movimiento relativo entre dos nudos correspondientes del elemento junta, denominado *desplazamiento aparente*, y \mathbf{t} el vector de tensiones que actúa sobre la superficie del metal. Para un caso en que no haya acciones exteriores ($\mathbf{t} = 0$), el desplazamiento aparente es normal a la superficie del metal, según la expresión siguiente:

$$\mathbf{w} = \beta x \mathbf{n} \quad (2)$$

Sin embargo, para un caso general, se establece una relación lineal entre el vector de tensión y el desplazamiento aparente mecánico \mathbf{w}^a , definido como la diferencia entre el desplazamiento total y el desplazamiento de expansión libre, es decir:

$$\mathbf{t} = \mathbf{K}_n \mathbf{w}^a \quad \text{con} \quad \mathbf{w}^a = \mathbf{w} - \beta x \mathbf{n} \quad (3)$$

donde \mathbf{K}_n es un tensor de rigidez de segundo orden que depende explícitamente de la normal unitaria \mathbf{n} . Como se requiere que el comportamiento sea objetivo respecto de un cambio de observador, el tensor \mathbf{K}_n debe ser un tensor objetivo, lo cual obliga a que tenga la forma

$$\mathbf{K}_n = k_1 \mathbf{1} + k_2 \mathbf{n} \otimes \mathbf{n} \quad (4)$$

donde $\mathbf{1}$ es el tensor unidad de segundo orden, \otimes indica producto tensorial y k_1 y k_2 son rigideces constantes. Por conveniencia, es mejor descomponer el tensor \mathbf{K}_n en sus proyecciones normal y tangente a la superficie:

$$\mathbf{K}_n = k_n \mathbf{n} \otimes \mathbf{n} + k_t (\mathbf{1} - \mathbf{n} \otimes \mathbf{n}) \quad (5)$$

donde ahora k_n y k_t son las rigideces normal y tangencial, respectivamente. Sustituyendo en (3) y operando resulta la expresión siguiente:

$$\mathbf{t} = k_n (\mathbf{w} \cdot \mathbf{n} - \beta x) \mathbf{n} + k_t [\mathbf{w} - (\mathbf{w} \cdot \mathbf{n}) \mathbf{n}] \quad (6)$$

2.3. Equivalencia mecánica óxido-junta

Las rigideces k_t y k_n son las del elemento junta, cuyo efecto mecánico debe ser equivalente al del sistema real. Consideremos, para simplificar, un estado de corte puro paralelo a la superficie, con una tensión tangencial τ y un desplazamiento tangencial total en la superficie u . El perfil de corrimientos horizontales reales se indica en la figura 2(a), y se calcula como sigue:

$$u = h - x \frac{\tau}{G_{met}} + (1 + \beta) x \frac{\tau}{G_{ox}} \quad (7)$$

donde G_{met} y G_{ox} son los módulos de rigidez transversal para el metal y para el óxido, respectivamente, y h es la altura de la sección inicial de acero.

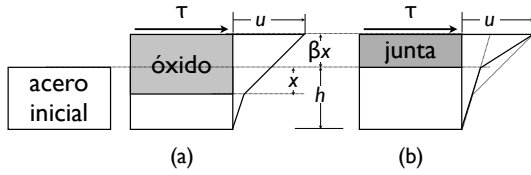


Figura 2: Esquema de la distribución de corrimientos tangenciales en un estado de cortante puro para la situación real (a) y para el elemento junta (b).

Por otra parte, el corrimiento calculado con el elemento junta, tal como se muestra en la figura 2(b), viene dado por

$$u = h \frac{\tau}{G_{met}} + \frac{\tau}{k_t} \quad (8)$$

e igualando los dos desplazamientos resulta

$$k_t x = \left[\frac{(1 + \beta)}{G_{ox}} - \frac{1}{G_{met}} \right]^{-1} \quad (9)$$

que puede escribirse como

$$k_t = \frac{G_{ox}^*}{\beta x}, \text{ con } G_{ox}^* = \frac{\beta G_{ox}}{1 + \beta} \left[1 - \frac{G_{ox}}{(1 + \beta) G_{met}} \right]^{-1} \quad (10)$$

donde G_{ox}^* es el módulo de rigidez transversal equivalente del elemento junta. De forma análoga puede imponerse la condición en componentes normales bajo la hipótesis, por ejemplo, de extensión uniaxial, con lo que se obtiene

$$k_n = \frac{K_{ox}^*}{\beta x}, \text{ con } K_{ox}^* = \frac{\beta K_{ox}}{1 + \beta} \left[1 - \frac{K_{ox}}{(1 + \beta) K_{met}} \right]^{-1} \quad (11)$$

donde K_{ox}^* , K_{ox} y K_{met} son ahora los módulos de compresibilidad de los distintos materiales. Nótese que, en ambos casos, la rigidez resultante es inversamente proporcional a la profundidad de corrosión x , por lo que la rigidez tiende a infinito cuando x tiende a cero, lo que requiere un tratamiento especial de la rigidez numérica inicial de los elementos, estableciendo una rigidez de corte. Por otra parte, puesto que no existen valores experimentales de la rigidez de la capa de óxido, y debemos tratar el problema de manera puramente estimativa, bastará escribir las rigideces en la forma

$$k_t = k_t^0 \frac{x_0}{x}, \quad k_n = k_n^0 \frac{x_0}{x} \quad (12)$$

donde x_0 es un espesor de referencia fijado arbitrariamente (por ejemplo, $1 \mu\text{m}$), y k_t^0 y k_n^0 las rigideces de corte, correspondientes a la penetración de referencia x_0 .

2.4. Incorporación del fenómeno de despegado

Utilizar una rigidez muy baja a cortante k_t no es suficiente para conseguir una fisuración libre del hormigón, aunque sí lo es en casos en los que la superficie del metal es perfectamente plana, porque el deslizamiento casi libre del elemento junta no introduce coacciones en la grieta. Sin embargo, cuando la superficie del metal es curva,

como en el caso de una barra, un deslizamiento tangencial perfecto en un elemento junta induce tracciones en el elemento vecino que son elevadas si la rigidez normal es elevada, teniéndose una fuerza nodal en el elemento vecino con una componente apreciable de cortante, que constriñe la grieta.

En consecuencia, resulta necesario eliminar en lo posible las tensiones de tracción, para lo que es preciso establecer una direccionalidad en la rigidez normal, de manera que la rigidez sea alta en compresión y muy inferior en tracción, lo que se consigue introduciendo un factor de direccionalidad η del siguiente modo:

$$k_n^0 = \eta k_{nc}^0 \quad (13)$$

donde k_{nc}^0 es la rigidez de corte en compresión y el valor de η viene dado por:

$$\eta = \begin{cases} 1 & \text{si } \mathbf{w} \cdot \mathbf{n} - \beta x \leq 0 \\ \eta_t & \text{si } \mathbf{w} \cdot \mathbf{n} - \beta x > 0 \end{cases} \quad (14)$$

donde el factor para tracción η_t es muy inferior a la unidad.

3. SIMULACIONES NUMÉRICAS Y DISCUSIÓN DE RESULTADOS

3.1. Características comunes de las simulaciones

En todas las simulaciones realizadas, se utilizaron elementos finitos con fisura cohesiva embebida para modelizar el hormigón, elementos elásticos lineales para el acero y elementos junta para la capa de óxido. Para el preproceso y mallado se utilizó el programa de dominio público GMSH, con elementos triangulares de deformación constante.

Para las constantes que definen los materiales, en el caso del acero y el hormigón se adoptaron valores acordes con los reales, que se recogen en la tabla 1, siendo E el módulo de elasticidad, ν el coeficiente de Poisson, α el coeficiente de dilatación térmica, α' el factor de adaptación de la fisura, f_t la resistencia a tracción del material y G_F la energía de fractura. Para la dilatación térmica del acero y hormigón se impuso un coeficiente igual a cero para que no se dilaten al aplicar los pasos de expansión del óxido, que se imponen como incrementos de temperatura, relacionándolos con la profundidad de corrosión, y las acciones sean puramente debidas a la expansión del óxido.

Tabla 1: Características del acero y hormigón en las simulaciones.

	ACERO	HORMIGÓN
E (GPa)	200	30
ν	0,3	0,2
α ($^{\circ}\text{C}^{-1}$)	0,0	0,0
α'	–	0,2
f_t (MPa)	–	3,0
G_F (N/mm)	–	0,1

En el caso del óxido, los valores de las constantes fueron fijados de manera arbitraria, buscando que los cálculos se realizaran de manera estable, siendo necesario verificar en el futuro los rangos de valor reales de estas constantes mediante ensayos experimentales. Los valores adoptados se recogen en la tabla 2, donde β es el factor de expansión libre, x_0 la profundidad de corrosión de corte numérica, k_{nc}^0 la rigidez normal inicial de compresión, k_t^0 la rigidez tangencial inicial y η_t el factor de direccionalidad, en caso de ser activado.

Tabla 2: Características del óxido en las simulaciones.

β	1,0
x_0 (mm)	$1,0e^{-3}$
k_{nc}^0 (N/mm ³)	$7,0e^7$
k_t^0 (N/mm ³)	$7,0e^{-13}$
η_t	$1,0e^{-10}$

En los cálculos se aplica una expansión radial de $10\mu\text{m}$ en 100 pasos y se representan la apertura de fisura de las grietas formadas (*crack*) en mm y las tensiones principales máximas del acero y el hormigón (*body*) en N/mm², correspondiendo los resultados negativos a compresión y los positivos a tracción.

3.2. Prisma de hormigón con una barra de acero

En primer lugar, se aplicó el modelo a un ejemplo sencillo, correspondiente a un prisma de hormigón de 100×100 mm de ancho y canto con una barra de acero embebida de 20 mm de diámetro, centrada respecto a dos de las caras del hormigón y con 20 mm de recubrimiento, el mínimo permitido por la normativa, suponiendo un tamaño máximo del árido adecuado.

Este primer ejemplo puso de manifiesto algunos aspectos fundamentales del funcionamiento de la capa de óxido. Primero se verificó que si se supone comportamiento perfectamente elástico de la capa de óxido, con módulos de compresión y cortante altos, se registraba un comportamiento cercano a la adherencia perfecta, que implica la imposibilidad de la localización de la fisuración: aparecía una nube de microfisuras radiales distribuidas en el hormigón alrededor de la barra de acero.

Disminuir la rigidez del óxido a cortante mejoró los resultados, apareciendo para estados tempranos de corrosión una fisura localizada en la superficie que predomina sobre el resto de fisuras, que tienen una apertura de fisura muy próxima a cero. Sin embargo, un análisis más detallado de los resultados permite observar que, en su nacimiento, la fisura principal está “cosida” en la superficie del acero, con una apertura próxima a cero en su parte inicial, como se aprecia en la figura 3, y el acero se encuentra altamente traccionado en esa zona.

Resulta esencial introducir una fuerte reducción de la rigidez en tracción, simulando un efecto de despegado, mediante el factor de direccionalidad η_t explicado en el apar-

tado anterior. Los resultados obtenidos al considerar el efecto de despegado se muestran en la figura 4. Las tensiones en el acero se liberan totalmente y se alcanza una mayor localización de la fisuración para la misma sollicitación: las fisuras más próximas a la fisura principal se han cerrado, y la fisura principal se encuentra abierta en su parte inicial, con una apertura correspondiente a la expansión del óxido, $20\mu\text{m}$. Se observa también que desaparece el punto de tracciones en el acero y que las tensiones de compresión en el resto del acero han disminuido con respecto a las que se tenían en el ejemplo sin fenómeno de despegado.

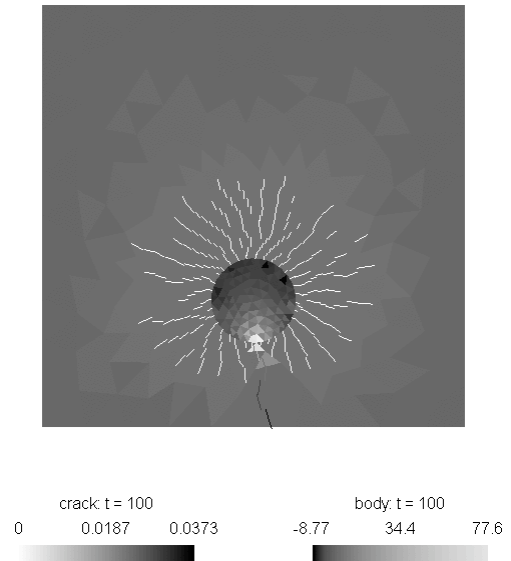


Figura 3: Prisma de hormigón con una armadura sin efecto de despegado. Tensiones principales para una sollicitación de $10\mu\text{m}$ de expansión radial del óxido.

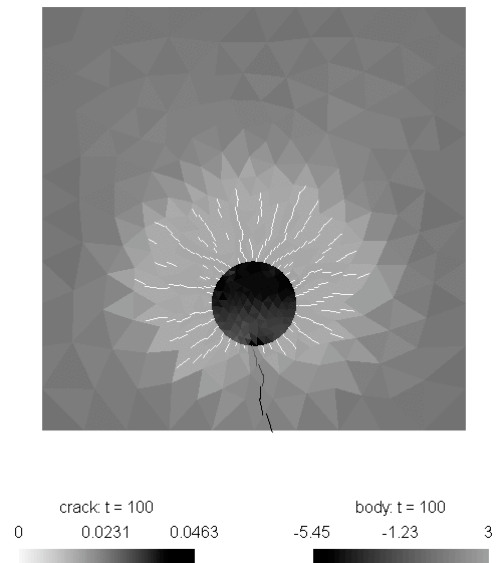


Figura 4: Prisma de hormigón con una armadura con efecto de despegado. Tensiones principales para una sollicitación de $10\mu\text{m}$ de expansión radial del óxido.

3.3. Prisma de hormigón con distribución uniforme de armaduras

En el segundo ejemplo, se modeliza un prisma de hormigón con varias armaduras de diámetro de 20 mm y canto igual a 20 veces el diámetro de las barras. Se ha tomado una distancia entre barras igual a dos veces el diámetro, y un recubrimiento de un diámetro, 20 mm.

Considerando que el número de barras es lo suficientemente elevado como para suponer un comportamiento simétrico, se realiza una simplificación, calculando únicamente la zona correspondiente a una de las barras, como se observa en el croquis de la figura 5.

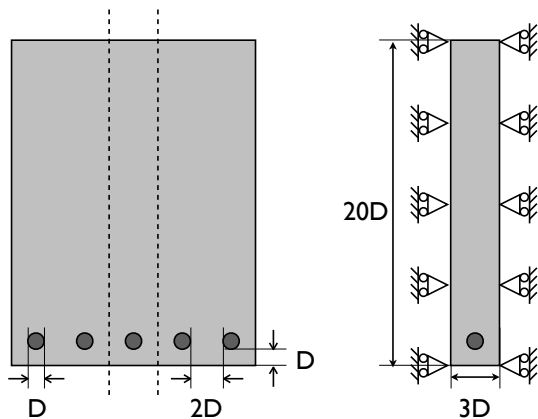


Figura 5: Prisma de hormigón con distribución uniforme de armaduras. Croquis de la simplificación realizada.

Para esta sección se realizan dos cálculos, como en el caso anterior: uno en el que se considera igual rigidez normal, tanto para compresión como para tracción, y otro en el que se aplica distinta rigidez de compresión y tracción activando el factor de direccionalidad η_t descrito en la tabla 2.

En las figuras 6 y 7 se muestran los resultados obtenidos, ampliando la barra para poder observar con mayor detalle la fisuración que se produce.

En ambos casos se observa que aparecen fisuras principales horizontalmente en las zonas entre armaduras, mientras que el resto de fisuras no están desarrolladas. No se forma una fisura principal en el recubrimiento.

Sin embargo, se aprecian las siguientes diferencias: En la figura 6 las fisuras principales están menos localizadas que en el caso en el que se considera despegado (figura 7), con una apertura de 0,0221mm frente a 0,0234. Además, la apertura en el nacimiento de la fisura principal es similar a la del resto de fisuras y próxima a cero en el caso de no considerar despegado (figura 6), mientras que cuando se permite el despegado (figura 7) la apertura en boca de fisura se aproxima a la expansión total correspondiente del óxido, $20\mu\text{m}$. Se observa también que, en el caso de despegado, las fisuras próximas a la fisura

principal se han cerrado, lo que no sucede en el otro caso. Respecto a las tensiones, observamos que cuando no hay despegado ((figura 6), el acero se encuentra prácticamente comprimido, excepto en las zonas próximas a las fisuras principales, donde se experimentan tracciones muy fuertes, debido a las tensiones tangenciales transmitidas por elementos vecinos, como ya se ha explicado con anterioridad, mientras que en el segundo caso (figura 7) se tiene una distribución de tensiones diferente, con el acero relajado excepto en los puntos próximos a las fisuras principales, donde se encuentra comprimido debido a la propia geometría del problema.

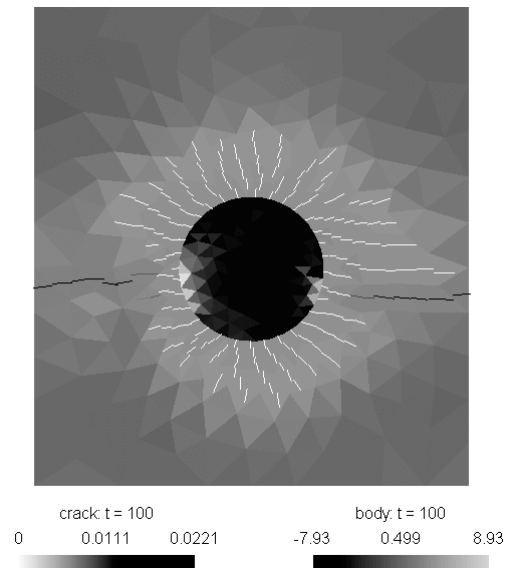


Figura 6: Prisma de hormigón con distribución uniforme de armaduras sin efecto de despegado. Tensiones principales para una sollicitación de $10\mu\text{m}$ de expansión radial.

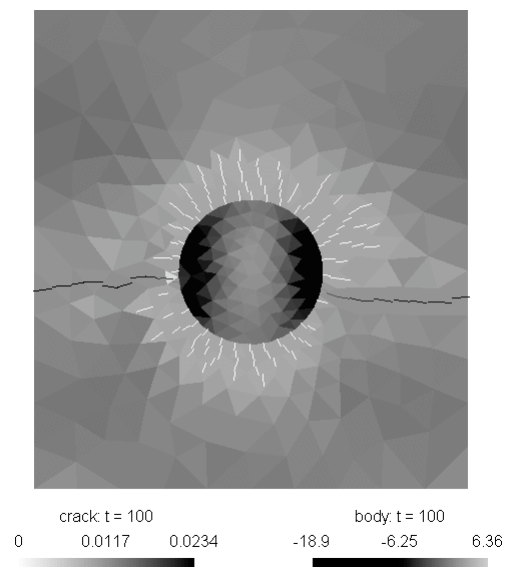


Figura 7: Prisma de hormigón con distribución uniforme de armaduras con efecto de despegado. Tensiones principales para una sollicitación de $10\mu\text{m}$ de expansión radial.

Por último, en la figura 8 se muestra el esquema de fisuración final, obtenido mediante superposición de los resultados obtenidos para una barra con la simplificación realizada. En este gráfico se observa, de manera más apreciable, la pérdida de recubrimiento que tiene lugar.

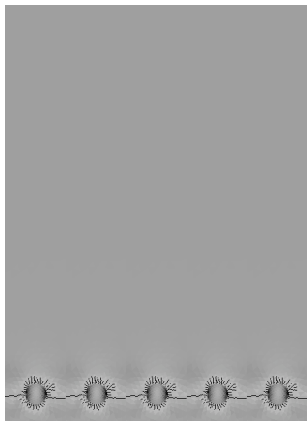


Figura 8: Prisma de hormigón con distribución uniforme de armaduras con efecto de despegado. Esquema de la fisuración obtenida por superposición del estado obtenido en el cálculo simplificado.

4. CONCLUSIONES FINALES

Se ha desarrollado un elemento junta equivalente a la capa de óxido y se han determinado los aspectos más relevantes del modelo por medio de simulaciones.

Se ha comprobado que es necesario introducir fenómenos de deslizamiento, disminuyendo la rigidez a cortante del óxido, para que se produzca localización de las fisuras. Sin embargo, se observa que la fisura principal tiene una apertura próxima a cero en su parte inicial y aparece un punto de tracciones en el acero en la parte próxima a la fisura.

Resulta esencial introducir fenómenos de despegado, disminuyendo la rigidez normal en el caso de tracción mediante un factor de direccionalidad, para que se produzca una liberación de tensiones en el acero y una mejor localización de las fisuras, obteniéndose una apertura de fisura en el tramo inicial de la fisura próxima a la expansión total aplicada.

AGRADECIMIENTOS

Los autores agradecen la financiación recibida del Ministerio de Ciencia y Tecnología a través de los proyectos BIA2005-09250-C03-01 y BIA2005-09250-C03-02. Esta investigación se ha realizado dentro del marco de los proyectos DUMEIMPA, financiado por la Comunidad de Madrid, y SEDUREC, integrado en el Programa Nacional de Investigación CONSOLIDER-INGENIO 2010.

REFERENCIAS

- [1] C. Andrade and J.A. Gonzalez. Quantitative corrosion rate of reinforcing steels embedded in concrete using polarization resistance measurements. *Werkst. Korros.*, 29:515–519, 1979.
- [2] C. Andrade, M.C. Alonso, and F.J. Molina. Cover cracking as a function of bar corrosion: Part i - experimental test. *Materials and Structures*, 26:453–464, 1993.
- [3] F.J. Molina, M.C. Alonso, and C. Andrade. Cover cracking as a function of bar corrosion: Part ii - numerical model. *Materials and Structures*, 26:532–548, 1993.
- [4] M.C. Alonso, C. Andrade, J. Rodriguez, and J.M. Diez. Factors controlling cracking of concrete affected by reinforcement corrosion. *Materials and Structures*, 31:435–441, 1997.
- [5] A. Hillerborg, M. Modéer, and P.E. Petersson. Analysis of crack formation and crack growth in concrete by means of fracture mechanics and fracture elements. *Cement and concrete research*, 6:773–782, 1976.
- [6] G. V. Guinea, J. Planas, and M. Elices. A general bilinear fitting for the softening curve of concrete. *Materials and Structures*, 27:99–105, 1994.
- [7] M. Elices, G. V. Guinea, and J. Planas. On the measurement of concrete fracture energy using three point bend tests. *Materials and Structures*, 30:375–376, 1997.
- [8] Z.P. Bazant and J. Planas. *Fracture and size effect in concrete and other quasibrittle materials*. C.R.C. Press, Boca Raton, F.L., 1998.
- [9] M. Elices, G. V. Guinea, J. Gomez, and J. Planas. The cohesive zone model: advantages, limitations and challenges. *Engineering Fracture Mechanics*, 69:137–163, 2002.
- [10] J. Planas, G. V. Guinea, J. C. Galvez, B. Sanz, and A.M. Fathy. Indirect tests for stress-crack opening curve. *Final Report of RILEM Technical Committee TC 187-SOC: Experimental determination of the stress-crack opening curve for concrete in tension*, Report 39:13–29, 2007.
- [11] J. M. Sancho, J. Planas, D. A. Cendon, E. Reyes, and J. C. Galvez. An embedded cohesive crack model for finite element analysis of concrete fracture. *Engineering Fracture Mechanics*, 74:75–86, 2007.
- [12] S. Guzman, J. C. Galvez, J. M. Sancho, and J. Planas. Fisuración del hormigón por corrosión de las armaduras pasivas inducida por cloruros. *Anales de la Mecánica de Fractura*, 2:633–638, 2007.

INFLUENCIA DE LAS CONDICIONES DE CURADO EN EL COMPORTAMIENTO DEL HORMIGÓN SOMETIDO A CICLOS HIELO-DESHIELO

Ghaida Al-Assadi¹, María Jesús Casati², Jaime Fernández¹, Jaime C. Gálvez¹

¹ Departamento de Ingeniería Civil: Construcción, E.T.S. de Ingenieros de Caminos, Canales y Puertos, Universidad Politécnica de Madrid, C/ Profesor Aranguren s/n, 28040 Madrid, España
E-mail: ghaida@caminos.upm.es; jfernandez@intemac.es; jcgálvez@caminos.upm.es

² Departamento de Vehículos Aeroespaciales, E.U.I.T. Aeronáutica, Pl. Cardenal Cisneros s/n, 28040 Madrid, España.
E-mail: mariajesus.casati@upm.es

RESUMEN

Este trabajo presenta el estudio de la influencia de las condiciones del curado en la durabilidad del hormigón sometido a ciclos hielo-deshielo. Dos hormigones HA-30 se han sometido a buenas y malas condiciones de curado y se ha estudiado cómo influyen éstas en su durabilidad. Además, se ha estudiado cómo afecta en su comportamiento frente a los ciclos hielo/deshielo la incorporación o no de un aditivo inclusor de aire (aireante). Se han realizado ensayos de penetración de agua bajo presión, de permeabilidad de gas, de porosimetría por intrusión de mercurio, así como los de caracterización mecánica del hormigón antes y después de los ciclos hielo/deshielo. Además, se ha evaluado el deterioro del hormigón al ser sometido a los ciclos hielo/deshielo a través de la pérdida de peso y modificación de la longitud de las probetas, como se propone en la normativa vigente. Complementariamente se han realizado medidas de la velocidad de transmisión de ondas ultrasónicas y se ha evaluado el Módulo Dinámico de Elasticidad Relativo (RDME), estableciendo una comparación entre la evolución de la pérdida de peso y modificación de la longitud (método clásico) con la evolución de estos parámetros ultrasónicos. Se concluye que la medida del RDME predice con anterioridad el deterioro del material.

ABSTRACT

This paper shows an experimental study of the influence of concrete curing conditions on the durability under frost-thaw cycles. Two HA-30 concretes have respectively been well and bad cured and underwent to frost-thaw cycles. The influence of air-entraining agents has also been studied. Water penetration under pressure, gas permeability, mercury porosity and mechanical tests were performed before and after frost-thaw cycles. According to standards, weight loss and length variation have been measured. Complementary measurements of the transmission velocity of ultrasonic waves have been done; the RDME was evaluated. Comparison between weight loss and length variation with the ultrasonic measurement was done. RDME early predicts the concrete deterioration than classical measures (weight loss and length variation).

PALABRAS CLAVE: Hormigón, hielo/deshielo, durabilidad, deterioro, curado, permeabilidad.

1. INTRODUCCIÓN

El hormigón empleado en obras *in situ* es un material muy sensible a las condiciones medioambientales afectando a su durabilidad [1]. Cuando se hormigona en los meses calurosos, con temperatura alta y humedad relativa baja, es necesario un buen curado, lo que no siempre está garantizado. Los potenciales problemas al hormigonar en épocas calurosas son: el aumento de la demanda de agua durante el amasado, el aumento de la velocidad de pérdida de consistencia del material, aumento de la velocidad de fraguado, etc. [2]. Un mal

curado se traduce, entre otros problemas, en una fisuración superficial y por tanto en una más fácil entrada de agua y sustancias nocivas hacia el interior del hormigón, una mayor permeabilidad del hormigón y mayor dificultad para controlar el contenido de poros. Por otro lado, las condiciones de invierno, con temperaturas muy bajas, provocan heladas y someten al hormigón a ciclos hielo/deshielo. Con el fin paliar los efectos de las heladas y dificultar la entrada de agua por capilaridad se añade un aditivo inclusor de aire, comúnmente llamado *aireante*, a la masa de hormigón [3, 4]. Por ello hay dos aspectos fundamentales del

comportamiento del hormigón frente a los ciclos hielo/deshielo: a) el tiempo y calidad del curado, y b) la incorporación o no de un *aireante*.

En este trabajo se presentan los resultados de la campaña experimental realizada para estudiar la influencia del curado y la adición del aireante en el comportamiento del hormigón frente a los ciclos hielo/deshielo. Los ensayos se han realizado con probetas normalizadas de hormigón introducidas en una cámara climática para simular las condiciones *in situ* del curado del hormigón.

El trabajo comienza con la descripción del material, las probetas y los ensayos realizados. A continuación se presentan los resultados experimentales y su discusión. Por último se presentan los comentarios finales y las conclusiones.

2. PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL

2.1 Materiales y probetas

Se han confeccionado dos hormigones con la dosificación indicada en la Tabla 1. La diferencia entre los dos hormigones es la adición a uno de ellos de un aireante (0,05% del peso de cemento) para obtener mayor porcentaje de aire ocluido en la mezcla. La dosificación corresponde a un hormigón de resistencia característica 30 MPa. La Tabla 2 muestra los resultados de los ensayos de hormigón fresco.

Tabla 1: Dosificación de los hormigones

	Sin aireante	Con aireante
Cemento (kg/m ³)	381	381
Arena (kg/m ³)	880	880
Árido (kg/m ³)	381	381
Agua (kg/m ³)	190	190
Superplastificante (kg/m ³)	2,3	2,3
Aireante (kg/m ³)	0	0,2

Tabla 2: Ensayos de hormigón fresco

	Sin aireante	Con aireante
Cono de Abrams (cm)	3	13
Aire ocluido(%)	3,4	7

El cemento empleado ha sido CEM I 42,5 R, que es un cemento Pórtland sin adiciones de alta resistencia inicial. La arena silíceas de río (0-5 mm) de módulo granulométrico 2,7 y el árido calizo de machaqueo (5-20 mm) de índice granulométrico 6,9. La relación a/c fue de 0,5.

2.2 Programa de ensayos

Se confeccionaron 15 probetas cilíndricas de 300x150 mm y 2 prismáticas de 100x100x400 mm para cada hormigón. Todas las probetas se curaron en cámara climática durante 28 días a 30 °C de temperatura y con 37 % de humedad relativa. Estos valores de temperatura y humedad representan las condiciones ambientales medias de verano en la región central de España.

El *buen curado* de las probetas se hizo regando diariamente las probetas, en el interior de la cámara climática, durante la primera semana, según recomienda la Instrucción Española de Hormigón Estructural (EHE). El *mal curado* de las probetas se hizo suprimiendo el regado diario antes indicado. De este modo de obtuvieron cuatro grupos de probetas:

- Hormigón **con** aireante **bien** curado.
- Hormigón **con** aireante **mal** curado.
- Hormigón **sin** aireante **bien** curado.
- Hormigón **sin** aireante **mal** curado.

Se ensayaron seis probetas cilíndricas de cada grupo para determinar la resistencia a compresión, módulo de deformación estático y la resistencia a tracción, según las normas UNE 83-304-84, UNE 83-316-96 y UNE 83-306-85, respectivamente. Dos probetas prismáticas se emplearon para determinar la energía de fractura según la recomendación RILEM 50-FMC.

De cada grupo se emplearon dos probetas cilíndricas en los ensayos de permeabilidad a gas, porosimetría mediante intrusión de mercurio y penetración de agua a presión, según las normas RILEM-TC 116-PCD, ASTM-D4404-04 y UNE-EN 12390-8.

Las seis probetas restantes se emplearon en el ensayo de hielo/deshielo según la norma ASTM C 666 y una se dejó como referencia en cámara a 20°C de temperatura y 45-50% de humedad relativa.

El ensayo de comportamiento del hormigón frente a ciclos hielo/deshielo se realizó del siguiente modo: a la edad de 28 días las probetas se sumergieron en agua durante 4 días, garantizando su saturación, a continuación se introdujeron en la cámara climática y se sometieron a 300 ciclos hielo/deshielo de acuerdo al diagrama temperatura/tiempo de Figura 1.

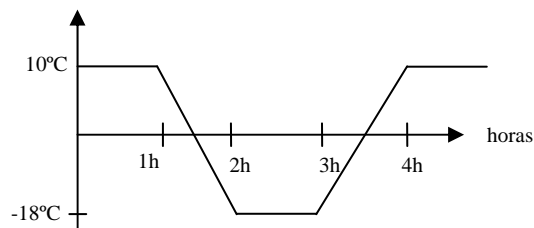


Figura 1: Esquema del ciclo hielo/deshielo.

Semanalmente, es decir, cada 42 ciclos, se realizaron las medidas de longitud, peso y velocidad de pulso ultrasónico, hasta completar los 300 ciclos.

Concluidos los 300 ciclos hielo/deshielo se midió, en las probetas ensayadas, el módulo de elasticidad, la resistencia a tracción y la resistencia a compresión. Además se realizaron los ensayos de permeabilidad a gas y penetración de agua a presión.

La nomenclatura empleada para identificar las probetas fue: Designación del hormigón--Contenido de aireante (%)--Tipo de curado (*bueno o malo*). Así la designación H30-00-B se refiere a una probeta de hormigón H30, sin aireante y bien curada.

3. RESULTADOS Y DISCUSIÓN

3.1 Resultados de porosimetría y permeabilidad antes/después de los ciclos hielo/deshielo

La Tabla 3 muestra los resultados de los ensayos de porosimetría mediante intrusión de mercurio, permeabilidad a gas y penetración de agua bajo presión en las probetas de hormigón antes y después de los ciclos hielo-deshielo.

Los resultados de porosimetría por intrusión de mercurio expresan el porcentaje de poros totales en el hormigón. El porcentaje de poros después de los ciclos hielo/deshielo es la media del obtenido en 4 puntos a distintas profundidades de la probeta. Se observa como para todas las amasadas, si exceptuamos la H30-00-B, donde la variación es pequeña, el índice de porosidad disminuye en torno a un 10% tras los ciclos hielo/deshielo. Esto se puede explicar por las condiciones de curado, con humedad relativa baja y alta temperatura, que retrasan la hidratación del cemento, que continua en la cámara, durante los ciclos hielo/deshielo, donde la humedad relativa se mantiene al 98%, por lo que el porcentaje de poros disminuye. Este aspecto debe confirmarse con los ensayos ATD/DTG, actualmente en desarrollo.

La permeabilidad a gas presentada corresponde a la media de dos muestras extraídas a una distancia de 5 cm de la parte superior e inferior de la probeta, antes del ensayo de hielo/deshielo. El ensayo no se realizó tras los ciclos hielo/deshielo porque la microfisuración induce errores en los resultados del ensayo.

Los resultados de penetración de agua bajo presión muestran cómo el hormigón es más permeable tras el ensayo hielo/deshielo. La Tabla 4 muestra los incrementos relativos en la profundidad de penetración de agua para los cuatro grupos de probetas. En el caso de las probetas con aireante se aprecia un mayor deterioro tras el ensayo hielo/deshielo en las probetas mal curadas. En el caso de las probetas sin aireante se

aprecia un anómalo peor comportamiento en las bien curadas. A falta de más datos este comportamiento se puede explicar porque las probetas sin aireante y mal curadas muestran una microfisuración inicial que induce un deterioro relativo menor durante el ensayo hielo/deshielo, entendiendo que la microfisuración inicial puede facilitar una expansión del agua al helarse sin aumentar el deterioro del hormigón ya por si deteriorado.

Tabla 3: Resultados de ensayos de durabilidad

Tipo de Hormigón	Porosidad de mercurio (%)	Permeabilidad al gas K ($\times 10^{-18} \text{ m}^2$)	Penetración de agua
			Prof. Media (cm)
H30-00-B (Antes)	11,94	118,46	2,5
H30-00-B (Después)	12,19	-	5,4
H30-0,05-B (Antes)	15,98	114,96	3,0
H30-0,05-B (Después)	14,33	-	3,9
H30-00-M (Antes)	12,91	53,17	2,9
H30-00-M (Después)	11,62	-	3,3
H30-0,05-M (Antes)	16,24	66,4	2,5
H30-0,05-M (Después)	14,97	-	4,1



Figura 2: Probetas H30-0,05-B y H30-00-B después del ensayo de hielo/deshielo.

Tabla 4: Incremento relativo de la profundidad de penetración de agua tras el ensayo hielo/deshielo

Tipo de probeta	Incremento relativo (%)
Con aireante bien curada	30
Con aireante mal curada	64
Sin aireante bien curada	116
Sin aireante mal curada	13,8

La Figura 2 muestra dos probetas, con y sin aireante, al finalizar los 300 ciclos de ensayo. Se observa el fuerte deterioro producido en la probeta sin aireante (H30-00-B).

3.2 Resultados de los ensayos mecánicos antes/después de los ciclos hielo/deshielo

Tabla 5: Resultados de ensayos mecánicos

Tipo de Hormigón	Características Mecánicas		
	Resistencia a Compresión (MPa)	Módulo de Elasticidad (GPa)	Resistencia a Tracción (MPa)
H30-00-B (Antes)	34,35	31,86	3,91
H30-00-B (Después)	21,43	20,85	3,24
H30-0,05-B (Antes)	30,86	28,44	3,01
H30-0,05-B (Después)	36,96	29,68	3,43
H30-00-M (Antes)	40,84	31,75	3,54
H30-00-M (Después)	30,01	26,18	3,42
H30-0,05-M (Antes)	27,91	29,95	2,74
H30-0,05-M (Después)	31,28	32,53	3,52

La Tabla 5 muestra los resultados de los ensayos mecánicos de las probetas antes y después de los ciclos hielo/deshielo.

Las probetas sin aireante muestran un deterioro de sus propiedades mecánicas tras el ensayo de hielo/deshielo. Sin embargo, la inclusión de aire beneficia el comportamiento del hormigón frente a los ciclos hielo/deshielo, de modo que incluso mejoran sus propiedades mecánicas tras el ensayo.

3.3 Evaluación del deterioro durante los ciclos hielo/deshielo

Los ensayos de hielo/deshielo se realizaron según la recomendación ASTM C 666, en la que los criterios para la identificación del deterioro son la medida de la pérdida de peso, de longitud y RDME de las probetas.

Durante el ensayo se midió la variación de peso y longitud de la probeta y la velocidad de transmisión de ondas ultrasónicas.

La Figura 3 muestra, para la amasada H30-00-B, los valores medios de los porcentajes relativos de las variaciones de peso, longitud y RDME en las probetas, cada semana (aproximadamente 42 ciclos).

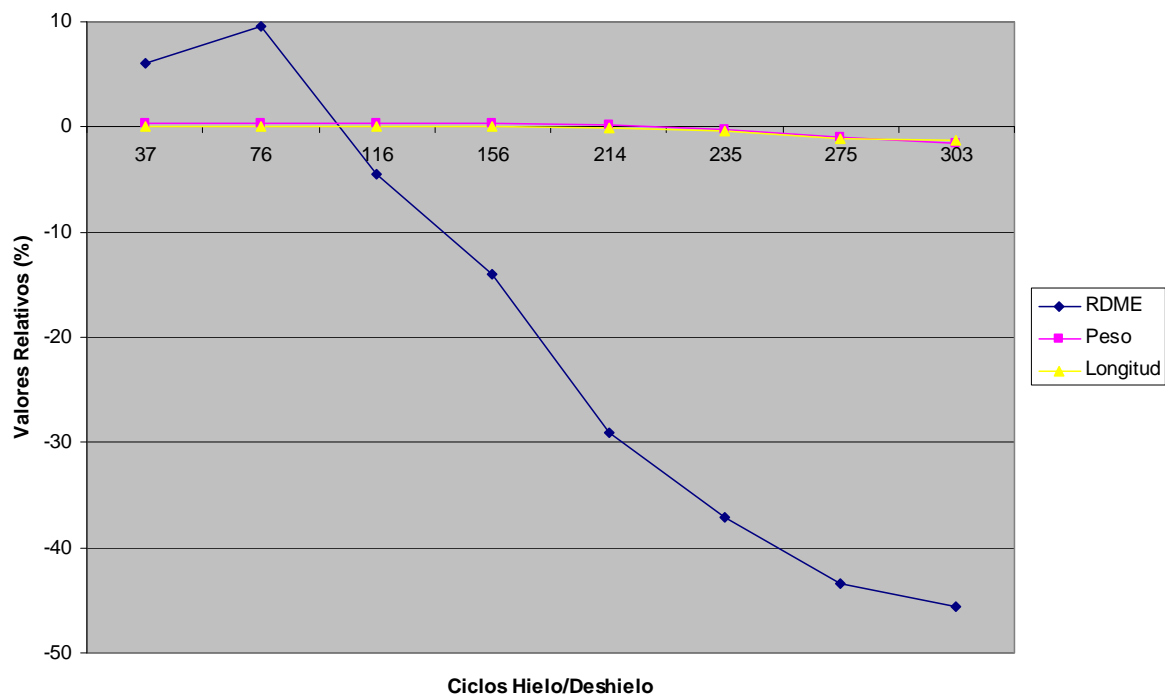


Figura 3: Deterioro de las probetas sometidas a los ciclos hielo/deshielo.

Se observa que el RDME, que es la relación entre el valor de la medida del módulo dinámico de elasticidad después de los ensayos hielo/deshielo y el valor inicial antes de los ciclos, predice el deterioro de la probeta

con antelación a las medidas de pérdida de peso y longitud,

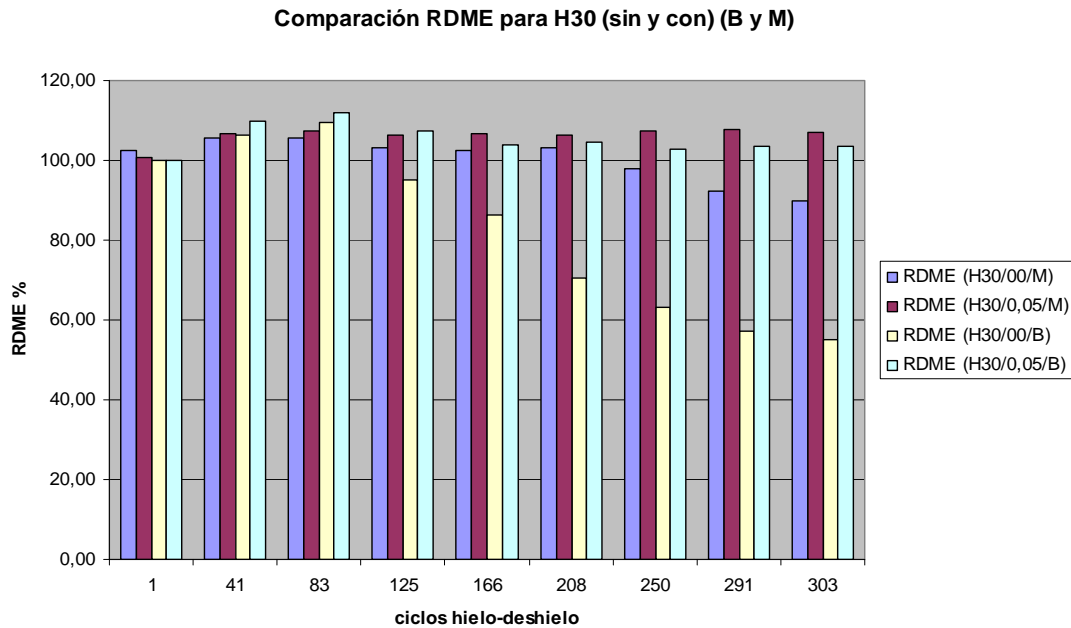


Figura 4: RDME para los cuatro hormigones (con y sin aireante, bien y mal curados).

La Figura 4 compara el RDME para los cuatro hormigones ensayados. Se aprecia cómo el tipo de curado no es tan relevante como cabría esperar en el comportamiento frente a los ciclos hielo/deshielo cuando se mide el RDME.

Las Figuras 5 y 6 corroboran los datos de la medida del RDME. Se observa cómo la porosidad y el tamaño de poro antes de los ensayos hielo/deshielo es ligeramente mayor que después. Este comportamiento anómalo se explica porque el proceso de hidratación del cemento continua durante los ensayos hielo/deshielo, cerrando la red porosa. Este aspecto está pendiente de confirmar con los ensayos de ATD/DTG, actualmente en desarrollo.

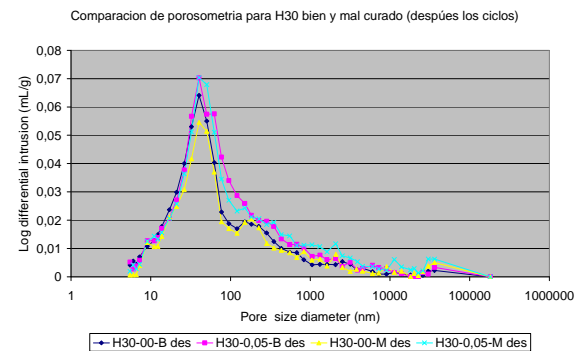


Figura 6: Resultados de porosimetría por intrusión de mercurio en los cuatro hormigones después de los ciclos hielo/deshielo.

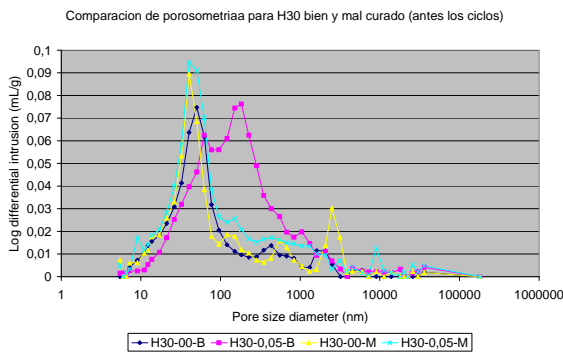


Figura 5: Resultados de porosimetría por intrusión de mercurio en los cuatro hormigones antes de los ciclos hielo/deshielo.

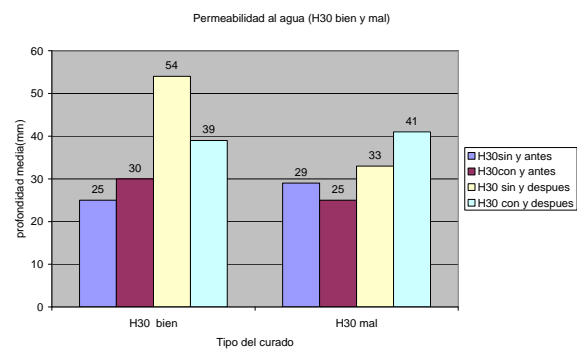


Figura 7: Penetración de agua para las amasadas H30-00 y 0,05-B y M

La Figura 7 muestra los ensayos de permeabilidad al agua bajo presión para los cuatro hormigones antes y después de los ciclos hielo/deshielo. Estos resultados

corroboran los obtenidos en los otros ensayos de permeabilidad: a gases e intrusión de mercurio.

4. CONCLUSIONES

Aunque hay aspectos a confirmar con los ensayos de hidratación del cemento, ATD/DTG, basándonos en los resultados de este trabajo se puede concluir lo siguiente:

1. Las medidas realizadas con los ultrasonidos (RDME) predicen adecuadamente el deterioro de los probetas de hormigón sometidas a los ciclos hielo/deshielo, anticipándose a los resultados obtenidos con las medidas de pérdida de peso y de variación de longitud, o la inspección visual, que son los criterios de la normativa española.
2. Aparentemente el volumen y tamaño de poros es mayor antes de los ciclos hielo/deshielo que después. Este resultado se achaca a que durante el ensayo de hielo/deshielo se completa la hidratación del cemento, insuficientemente desarrollada al principio por la baja humedad y alta temperatura.
3. Las probetas con adición de aireante se comportan mejor frente a los ciclos hielo/deshielo que las que carecen de aireante.
4. El tipo de curado, para las condiciones ambientales impuestas de humedad y temperatura y con una relación a/c de 0,5, no parece tan relevante frente al deterioro por los ciclos hielo/deshielo.

AGRADECIMIENTOS

Los autores desean agradecer al Ministerio de Educación y Ciencia la concesión del proyecto BIA 2005-09250-C03-02, al Ministerio de Fomento los proyectos MFOM 2004/9 y MFOM 01/07 y a la Junta de Comunidades de Castilla La Mancha la ayuda concedida a través del proyecto PAI 069-0071-9403.

REFERENCIAS

- [1] Mather, B., "Concrete durability", *Cement and Concrete Composites*, 26, pag 3-4, 2004.
- [2] Palomo, A.; Blanco-Varela, M.T.; Vázquez, T.; Puertas, F.; Puig, J; "Modificaciones microestructurales del cemento hidratado por curado del hormigón en periodos estivales", *Cemento-Hormigón*, nº 814, pag. 1004-1018, 2000.
- [3] Gokce, A.; Nagataki, S.; Saeki, T.; Hisada, M.; "Freezing and thawing resistance of air-entrained concrete incorporating recycled coarse aggregate: The role of air content in demolished concrete", *Cement and Concrete Research* 34, pag. 799-806, 2004.
- [4] Sahin, R.; Ali Tasdemir, M.; Göl, R.; Çelik, C.; "Optimization study and damage evaluation in concrete mixtures exposed to slow freeze-thaw cycles", *Journal of Materials in Civil Engineering*, pag. 609-615, 2007.

DEGRADACIÓN ACELERADA DE MORTEROS EN MEDIOS AGRESIVOS ARTIFICIALES DE ORIGEN AGROPECUARIO

R. Antón¹, L. Pereira², E. Sánchez² y A. Moragues¹

¹Departamento de Construcción, E.T.S. de Ingenieros de Caminos, Canales y Puertos, Universidad Politécnica de Madrid, C/ Profesor Aranguren s/n, 28040 Madrid, España.

E-mail: ranton@caminos.upm.es y amoragues@caminos.upm.es

²Departamento de Ciencia y Tecnología Aplicada, E.U. de Ingenieros Técnicos Agrícolas, Universidad Politécnica de Madrid, Avda. de la Complutense s/n, 28040 Madrid, España.

E-mail: lisp@alumnos.upm.es y elvira.sanchez.espinosa@upm.es

RESUMEN

El presente trabajo pretende profundizar en el conocimiento de los mecanismos de degradación que se producen en la microestructura de la fase sólida de materiales empleados en la construcción de estructuras para uso agropecuario. El estudio se ha desarrollado con probetas de mortero de cemento CEM IV/B-V 32,5N sometidas a ensayos de degradación acelerada en medios agresivos artificiales. Las probetas se han sumergido en diferentes disoluciones, que contienen ácidos orgánicos con distinto pH. Las muestras se han caracterizado antes, durante y después del ensayo desde el punto de vista mecánico y microestructural. Los resultados obtenidos nos permiten identificar la agresividad que se desarrollaba en cada uno de los procesos de degradación en función del pH del medio y la composición del mismo, todo ello a fin de poder establecer el comportamiento en servicio del material.

ABSTRACT

The main objective of this paper is to increase the knowledge about degradation mechanisms of cement-based materials used in livestock facilities. The research was carried out in cement mortars made with CEM IV/B-V 32.5N, exposed to an accelerated degradation test in an aggressive artificial environment. The samples were immersed in solutions containing a mixture of organics acids with varying pH values. The microstructural and mechanical properties of the samples were characterized periodically. The results obtained showed the aggressiveness of each environment as function of pH value and composition of the environment. The final aim is to establish service-life behaviour of these materials.

PALABRAS CLAVE: Durabilidad, morteros de cemento, pH, ácidos orgánicos.

1. INTRODUCCIÓN

El purín de cerdo es un subproducto de las explotaciones ganaderas. Una forma de dar utilidad a este subproducto es utilizarlo como abono de los suelos agrícolas. Sin embargo el abonado excesivo de los suelos puede llevar al deterioro de los propios suelos, a contaminaciones de los cauces por lavado de los suelos o la contaminación de las aguas subterráneas [1]. Además, es necesario ajustarse a la demanda de abonado de los ciclos de los cultivos. Esto hace imprescindible su almacenamiento durante largos periodos. El almacenamiento en España suele hacerse en balsas construidas con fábrica de ladrillo y revestimiento de mortero o de hormigón en masa o armado. La falta de estanqueidad de estas balsas por la aparición de fisuras o por filtraciones constituye un problema medio ambiental por las posibles

contaminaciones de las aguas subterráneas y aguas de escorrentía. Además, en las explotaciones el purín se encuentra en contacto con otros elementos estructurales prefabricados de hormigón, tales como los suelos continuos o enrejillados. La degradación de estas estructuras, en especial de los suelos enrejillados, produce importantes pérdidas económicas ya que causan graves accidentes de los animales por colapso de los mismos [2].

El purín de cerdo utilizado en los ensayos es el resultado de la dilución del estiércol animal con las aguas de lavado de la explotación ganadera. Su composición es variable a lo largo del tiempo y químicamente compleja. Contiene compuestos minerales y orgánicos. Los principales compuestos orgánicos son de tres grupos: ácidos orgánicos (acético, propiónico e isovalérico), compuestos nitrogenados

(principalmente de tipo amoniacal) y distintas sales sulfhídricas procedentes de la urea. El resultado es un compuesto con un pH entre 7 y 8. La Instrucción Española de Hormigón Estructural [3] considera que las sustancias con pH superior a 6.5 no son agresivas. Sin embargo, datos de distintas investigaciones muestran que infraestructuras en contacto con esta sustancia, tanto morteros como hormigones, se deterioran sistemáticamente, produciendo pérdidas en su capacidad resistente [4]. Este hecho prueba que los procesos de degradación son determinados por la sinergia de diferentes factores. Algunos investigadores han intentado reproducir este proceso de degradación del hormigón en condiciones de laboratorio [5]. Han ensayado distintos tipos de cementos expuestos a ácidos orgánicos aislados con diferentes valores de pH o han analizado el mecanismo de alteración de la matriz de cemento producida por la mezcla de estos ácidos [6].

En este trabajo se presentan los resultados de la evolución del comportamiento resistente y microestructural de un mortero sometido a ensayos acelerados con distintos medios agresivos. Estos se han obtenido con mezclas de ácidos orgánicos a pH tamponado y mezclas de ácidos orgánicos con sales amoniacales, frecuentes en los subproductos agrícolas.

2. MATERIALES Y MÉTODOS

2.1. Materiales empleados

El estudio fue realizado con probetas de mortero de cemento tipo CEM IV/B-V 32.5N. La composición química y mineralógica se presenta en la tabla 1. Se fabricaron un total de 13 amasadas (39 muestras) de 40x40x160 mm, según la norma EN 196-1, con una relación agua/cemento 0,5 y arena/cemento de 3/1. Las probetas fueron desmoldadas a las 24 horas y curadas en agua durante 28 días a $96 \pm 2\%$ HR y $20 \pm 2^\circ$ C. A continuación, 3 de las probetas fueron ensayadas como tiempo cero y con las restantes se procedió a colocarlas en sus respectivos medios.

Tabla 1. Composición mineralógica del cemento empleado en la investigación

Compuesto (% en peso)	CEM IV/B-V
SiO ₂	57.45
Al ₂ O ₃	7.4
Fe ₂ O ₃	3.5
CaO	26.05
MgO	1.24
SO ₃	1.26
K ₂ O	1.39
Cl	0.006

Los medios utilizados para el proceso de degradación acelerada fueron preparados en el laboratorio tomando como referencia compuestos presentes en los medios agresivos de origen agropecuario.

Se hicieron tres medios agresivos con pH 4.5, 6 y 8 con cantidades de ácido acético (CH₃COOH) de 16.8 g/L y ácido propiónico (CH₃CH₂COOH) de 20.8 g/L. La variación de pH se consiguió por adición de 5.6 y 20.4 g/L de hidróxido sódico (NaOH) en los dos primeros respectivamente y de 40.5 g/L de hidróxido amónico (NH₄OH) en el tercero. La composición de los medios se detalla en la tabla 2.

Tabla 2. Composición de los medios agresivos empleados en el proceso de degradación

Composición (g/L)	pH del medio			
	4.5	6.0	8.0	12.5
A. Acético	16.8	16.8	16.8	-
A. Propiónico	20.8	20.8	20.8	-
Hidróxido sódico	5.6	19.4	-	-
Hidróxido amónico	-	-	40.5	-
Hidróxido cálcico	-	-	-	Saturada

Además, se preparó un medio control, disponiendo en una cubeta similar a las del proceso de degradación, una disolución de agua saturada con hidróxido cálcico (Ca(OH)₂).

2.2. Proceso experimental

Se dispusieron 16 litros de medio agresivo en cubetas de plástico, introduciendo 9 muestras en cada una de ellas. Cada una de las cubetas se mantuvo en condiciones de temperatura de laboratorio durante el tiempo del ensayo.

Después de 6, 12 y 18 de semanas, se extrajeron 3 probetas de cada medio. Destinando 2 de ellas a la realización de ensayos mecánicos y la tercera a la caracterización microestructural.

Los ensayos mecánicos de flexión y compresión fueron realizados en el Instituto Técnico de Materiales y Construcciones (INTEMAC) de acuerdo a la Norma Europea EN 196-1.

Se realizó un seguimiento del pH de las disoluciones agresivas y control, así como un seguimiento de la cantidad de ion calcio (Ca²⁺) encontrado en las mismas procedente de la lixiviación de compuestos de las muestras. La medida del pH se llevó a cabo directamente en las cubetas. El seguimiento del contenido del ion calcio (Ca²⁺) lixiviado se realizó mediante valoración complexométrica con AEDT en equipo de valoración automática Mettler Toledo DL50 Graphix, usando como detector una sonda fotométrica DP550.

Los ensayos de caracterización microestructural de las muestras fueron llevados a cabo mediante los siguientes ensayos: Porosimetría de Intrusión de Mercurio (PIM) y Difracción de rayos-X (DRX).

El análisis de porosidad fue realizado por Porosimetría de Intrusión de Mercurio (PIM) en un porosímetro Micromeritics Autopore IV 9500 que opera hasta una presión de 33,000 psi (228 MPa) y cubre un rango de diámetro de poro entre 175 y 0.006 μm . Cada probeta de 3-g aproximadamente, fue secada hasta peso constante a temperatura de 40°C con una precisión de ± 0.01 g. Posteriormente se desgasificó con una bomba de vacío. La intrusión de mercurio fue gradual y para cada condición de equilibrio se mantuvo la presión durante 10 segundos.

El análisis de difracción de rayos-X (DRX) fue realizado por el Instituto de Ciencias de Materiales del Consejo Superior de Investigaciones Científicas, con un minuto de exposición y cátodo Cu K α . Las muestras se prepararon triturando, en molino de ágata automático, porciones extraídas de la zona atacada, después de un secado a 40° C.

3. RESULTADOS

3.1. Resistencias a compresión y flexión

Las figuras 1 y 2 muestran los resultados obtenidos de resistencias a flexión y compresión, respectivamente, en función del tiempo de exposición a la disolución agresiva.

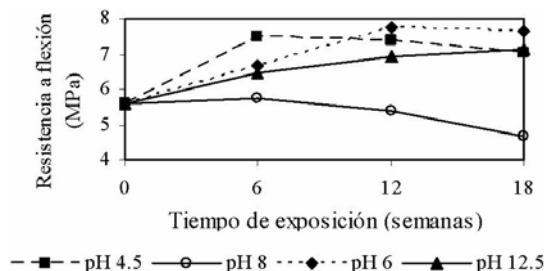


Figura 1. Evolución de las resistencias a flexión

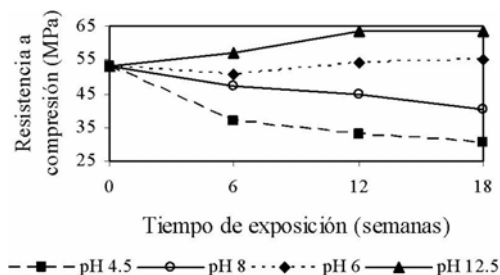


Figura 2. Evolución de las resistencias a compresión

Con los resultados obtenidos de resistencia a flexión y compresión, se realizó un análisis estadístico multifactorial ANOVA mediante el cual se puede afirmar que en flexión, se manifiesta una tendencia a incrementar o mantener la resistencia hasta la finalización del tiempo del ensayo en todos los medios agresivos, excepto en pH = 8 que presenta una pérdida

de tensión del 16%, con un nivel de significación menor del 1%.

El ensayo control presenta un ligero y sostenido aumento de resistencia tanto en flexión como en compresión del 25% y 20% respectivamente, debido al incremento de hidratación del cemento y como resultado de las reacciones puzolánicas que tienen lugar por la existencia de cenizas volantes en su composición. El comportamiento a compresión presenta diferencias significativas entre los cuatro medios. Los medios de pH 4.5 y 8 presentan decrementos consistentes del 40% y 25% respectivamente. En el medio con pH = 6 la resistencia a compresión al finalizar el ensayo se mantiene con un valor similar a la resistencia inicial.

3.2. Determinación de ion calcio en las disoluciones agresivas

La figura 3 muestra los resultados obtenidos en la determinación de ion calcio (Ca^{2+}) en las disoluciones agresivas.

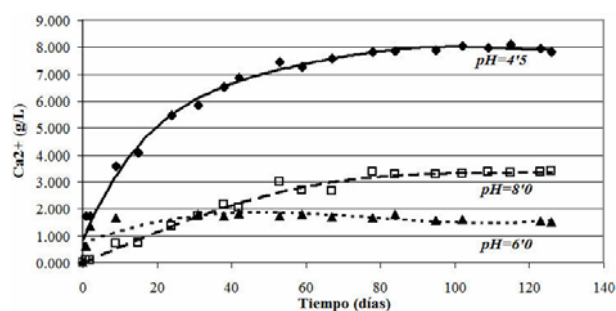


Figura 3. Evolución del ion Ca^{2+} en las disoluciones agresivas.

Se observa que las mayores lixiviaciones de ion calcio corresponden al pH = 4.5 seguidas de las de pH 8 y 6. Este resultado es coherente para el pH menor. La inversión que se produce en los otros dos pH, si bien ha sido ya documentada por otros investigadores [6, 7], no resulta sencilla de interpretar. En todas las figuras se observa un tiempo de exposición a partir del cual se estabiliza la concentración de ion calcio en el medio agresivo. El tiempo varía según el medio agresivo considerado. Siendo en el pH = 4.5 de 80 días y de 50 y 10 días a pH 8 y 6 respectivamente.

3.3. Porosimetría de Intrusión de Mercurio

Las distribuciones porosas de las muestras atacadas se refieren a las zonas externas de las probetas ensayadas. Es en esta zona en donde se producen los intercambios iónicos y potenciales procesos de disolución/precipitación propiciados por la variación de concentración local de los distintos iones presentes.

Las figuras 5, 6 y 7 presentan la variación de la distribución porosa, de las muestras estudiadas, para los distintos pH en función del tiempo de exposición.

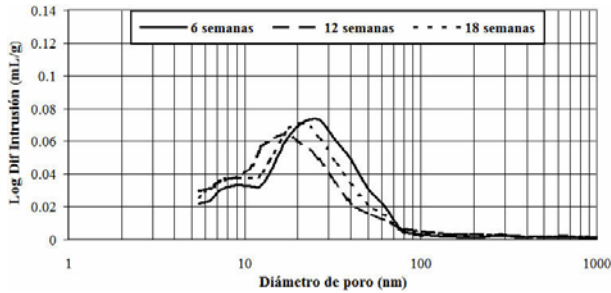


Figura 5. Distribución porosa de las muestras atacadas a pH = 4.5

En la figura 5 se observa un desplazamiento hacia poros más pequeños en las primeras edades que se invierte a medida que avanza el ataque.

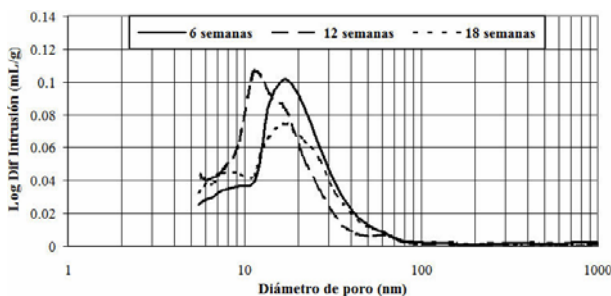


Figura 6. Distribución porosa de las muestras atacadas a pH = 6.0

La figura 6 presenta variaciones en la distribución porosa más significativas de las producidas en pH = 4.5. Puede indicar un proceso en dos fases, en la primera destaca la reducción del tamaño de poro medio y en la segunda una reducción significativa de la porosidad total con tamaño de poro muy similar al inicial. Todo esto es coherente con el pequeño grado de lixiviación de ion calcio obtenido en estas disoluciones.

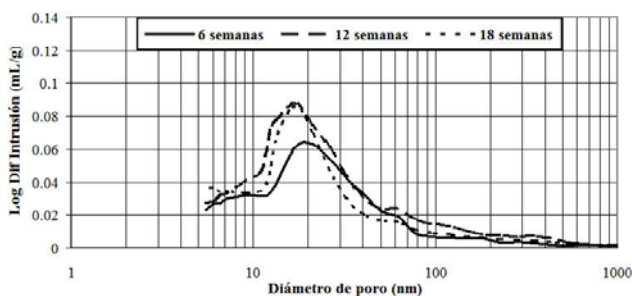


Figura 7. Distribución porosa de las muestras atacadas a pH = 8.0

La figura 7 presenta un comportamiento diferente a los anteriores. Entre las semanas 6 y 12 se observa un aumento significativo de porosidad con ligeras reducciones de tamaño de poro. Esta distribución no se modifica entre las semanas 12 y 18.

3.4. Difracción de Rayos X

Las muestras analizadas por DRX corresponden a zonas atacadas de la probeta de ensayo.

Las figuras 8, 9 y 10 muestran los resultados de los difractogramas obtenidos a distinto pH. Dichos análisis identificaron cuarzo (SiO_2) como fase principal. El resto de las bandas encontradas se han asignado a los siguientes compuestos: P (portlandita) - $\text{Ca}(\text{OH})_2$, G (yeso) - $\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$, E (ettringita) - $\text{Ca}_6\text{Al}_2(\text{SO}_4)(\text{OH})_{12}$, C (calcita) - CaCO_3 , y U = cemento sin hidratar.

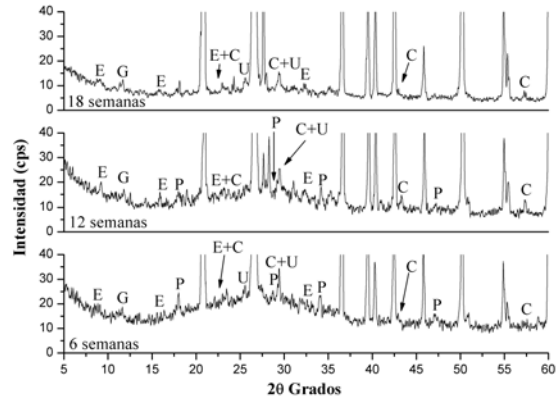


Figura 8. Difractogramas de las muestras de análisis atacadas a pH=4.5

El difractograma recogido en la figura 8 muestra una reducción de los picos asignados a la portlandita. Presenta una desaparición total de esta a las 18 semanas de ensayo. Se observa también un aumento de la intensidad de los picos asignados al yeso en detrimento a los correspondientes a ettringita.

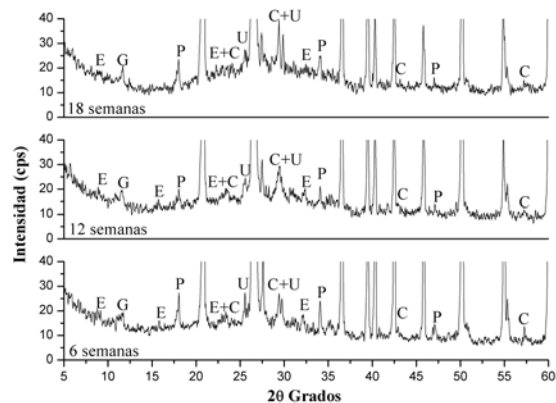


Figura 9. Difractogramas de las muestras de análisis atacadas a pH=6

Para pH = 6 (figura 9) el difractograma no presenta variaciones en los picos correspondientes a la portlandita. La única variación significativa es una reducción en el contenido de ettringita a medida que avanza el ataque.

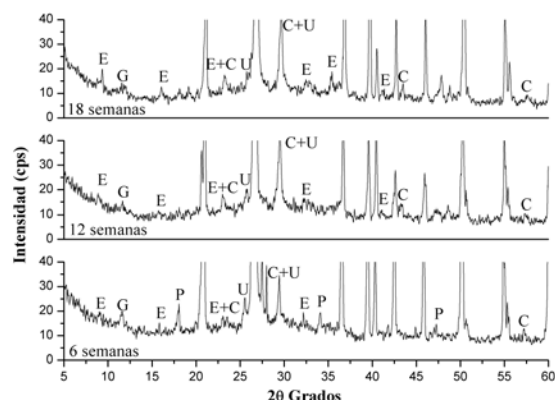


Figura 10. Difractogramas de las muestras de análisis atacadas a pH=8

En el medio de pH = 8 (figura 10) se pone de manifiesto una rápida desaparición de la portlandita, ya desde las 12 semanas se ensaya. En este caso el aumento del pico de ettringita es mas significativo que en caso anteriores.

4. DISCUSIÓN

El comportamiento mecánico en compresión del material es compatible con los resultados encontrados para la lixiviación de ion calcio en los diferentes medios agresivos. Presentando la misma tendencia que la encontrada para la lixiviación este ion. El comportamiento resistente puede ser justificado por la reducción de la relación Ca/Si en los silicatos hidratados. Esta pérdida de tensión sería mayor a mayores pérdidas de ion calcio.

El comportamiento a flexión no sigue las mismas tendencias que a compresión. Presenta pérdidas significativas de resistencia a pH = 8. Si atendemos a la importancia de la presencia de microfisuras [8] en este comportamiento mecánico, podría justificarse la reducción de resistencia a pH = 8 por la microfisuración generada por el aumento de ettringita observada en los análisis de rayos-X para este medio.

Las curvas de disolución de calcio en los tres medios muestran, como cabría esperar, que el medio más agresivo es el de menor pH (pH = 4.5). Sin embargo el efecto se invierte entre los pH 6 y 8. Tanto el medio de pH = 8 como el de pH = 4.5 son disoluciones tamponadas, por lo que su agresividad frente a medios básicos es potencialmente mayor. Sin embargo, esto por si solo no puede justificar la poca agresividad observada en el medio de pH = 6. Si atendemos a que el mecanismo de transporte de iones se realiza por difusión y este intercambio se paraliza los pocos días de iniciado el ataque en este medio, debemos interpretar que las diferencias de concentraciones exterior-interiores son muy pequeñas. Por el contrario los análisis de rayos-X de este medio no muestran variaciones significativas de portlandita, lo que determina, en la

disolución de los poros del mortero, una saturación del ion calcio. Una posible justificación para el comportamiento observado, sería que no se produce un contacto directo entre estas dos disoluciones. Consideración que avalaría propuestas de otros autores en el sentido de la formación de una capa protectora que impide, en [5, 6] el periodo de ataque estudiado, el avance de la degradación.

Los cambios observados en la distribución porosa de los distintos medios muestran, de forma general, un desplazamiento hacia tamaño de poro menor. Este hecho parece reflejar la formación de capas de precipitación generadas por el proceso de intercambio iónico en las capas exteriores del mortero. El avance del ataque y el distinto nivel de agresividad del mismo pueden determinar la posibilidad de disolución de dichos compuestos que permitirían el avance del proceso de degradación.

Cabe destacar que a pH = 6, durante el periodo de ataque estudiado, no se observa el avance de la degradación, puesto que no se observan los cambios en la microestructura que justificarían el proceso de disolución.

Todas las muestras estudiadas presentan cambios en su microestructura hasta que se alcanza el equilibrio de concentraciones de ion calcio con el medio agresivo. Este equilibrio se alcanza en tiempos diferentes para los distintos medios estudiados.

Las muestras atacadas a pH = 4.5 presentan un agotamiento de portlandita a las últimas edades de exposición. Este compuesto se conserva en las muestras atacadas a pH = 6 y únicamente se observa a las primeras edades en las muestras atacadas a pH = 8.

Por otra parte, la ettringita es un compuesto que está presente desde las primeras edades estudiadas en todos los medios. Si bien, en pH = 4.5 se reduce su contenido a medida que avanza el ataque. Este hecho puede ser producido por la acidez del medio que da lugar a la inestabilización de este compuesto y posterior formación de yeso.

5. CONCLUSIONES

De los resultados obtenidos se observa que la velocidad de deterioro del material, propiciado por el medio empleado, no depende exclusivamente del pH utilizado. Siendo esta variable importante en el proceso de degradación, no es definitiva para la clasificación del ambiente agresivo.

- El comportamiento mecánico a compresión está determinado por la pérdida de ion calcio que determina la alteración de la relación del Ca/Si en gel y produce pérdidas de resistencia significativas. A flexión es más importantes la

generación de microfisuras generadas por la precipitación de compuestos expansivos.

- El nivel de agresividad del medio depende del pH de la disolución, si no hay otros iones agresivos. La presencia de iones de amonio determina un aumento de la agresividad y un cambio en el mecanismo de degradación.
- En el pH = 6 la escasa agresividad del medio, parece venir determinada por la importancia de los procesos de precipitación que protegen al material de la degradación.
- En todos los medios se alcanza un equilibrio en el intercambio de iones entre la matriz y el medio agresivo, si bien la edad varía para los diferentes medios. Una vez alcanzado el equilibrio iónico los resultados de rayos-X muestran una estabilización de los compuestos de la matriz.

AGRADECIMIENTOS

Los autores desean manifestar su agradecimiento al Ministerio de Ciencia y Tecnología (Proyecto N° BIA2006-15188-C03-03) por el soporte financiero prestado. Así como al Instituto Técnico de Materiales y Construcciones (INTEMAC) por la ayuda prestada en la realización de los ensayos mecánicos.

REFERENCIAS

- [1] Daudén, D.Q. and VERA, M.V., *Pig slurry application and irrigation effects on nitrate leaching in Mediterranean soil lysimeters*, Journal of Environmental Quality 33 6, 2004.
- [2] Calleja, J., *The aggressive agents for concrete in agricultural livestock and agroalimentary industries. IVth. Int. Symposium Concrete for a Sustainable Agriculture, -Agro, -Aqua and Community Applications Proceeding*, San Lorenzo de El Escorial, Madrid, pp. 139-152, 2005.
- [3] MOPU, *Instrucción de Hormigón Estructural*. EHE, Ministerio de Fomento, Madrid, Spain, 1999.
- [4] De Belie, N., et al, *Durability of building materials and components in the agricultural environment Par III: Concrete Structures*, Journal of Agricultural Engineering Research 76 3-16, 2000.
- [5] Bertron A., et al. *Cement pastes alteration by liquid manure organic acids: Chemical and mineralogical characterization*, *Cement and Concrete Research* Vol. (35), 155-166, 2005.
- [6] Bertron A., et al., *Accelerated test of hardened cement pastes alteration by organic acids: analysis of the pH effect*. *Cement and Concrete Research*; Vol. (34), 1823-1835, 2004.
- [7] I. Segura, et al., *Determinación de perfiles de descalcificación en morteros mediante ensayos destructivos y no destructivos*, *Actas de las Primeras Jornadas de Edificación*, Valencia, España, 2005 pp. 1017-1024. ISBN: 84-9705-821-6
- [8] Sánchez; E. et al., *Resistance and microstructure evolution of fly ash cement mortar pastes submerged in pig slurry*. *Cement and Concrete Research*. Doi : 10.1016/j.cemconres. 2007.09.021., 2007.

INFLUENCIA DE LA ESTRUCTURA POROSA DE HORMIGONES UTILIZADOS EN AMBIENTES MARINOS FRENTE AL TRANSPORTE GENERADO POR GRADIENTE DE PRESIÓN

S. M. Abdelkader, A. Moragues Terrades y E. Reyes Pozo

Departamento de Ingeniería Civil: Construcción, E.T.S.I. de Caminos, Canales y Puertos,
Universidad Politécnica de Madrid, Calle del Profesor Aranguren s/n, 28040 Madrid, España
E-mail: safwat932@caminos.upm.es, amoragues@caminos.upm.es y ereyes@caminos.upm.es

RESUMEN

En los ambientes marinos, donde los hormigones quedan expuestos al ingreso de los iones cloruro y sulfato fundamentalmente, la bibliografía, [1-4], recomienda que se utilicen cementos con bajo contenido en aluminatos (sulfatresistentes) o cementos con adiciones minerales, cenizas volantes y humo de sílice principalmente. El objetivo principal de esta elección es intentar minimizar en lo posible las reacciones expansivas entre los iones del medio agresivo y la matriz de cemento. Sin embargo la protección más efectiva será sin duda la que impida la penetración de los agresivos. La entrada de cualquier agresivo en el hormigón viene determinada por la estructura porosa del mismo, y muy especialmente por la porosidad accesible conectada. Esta porosidad queda definida por la dosificación del hormigón y las características químicas del cemento. Los resultados obtenidos muestran claramente que los hormigones con humo de sílice son significativamente menos porosos y menos permeables. En el resto de dosificaciones estudiadas la porosidad es mayor, y es el radio de poro el factor que se presenta como más determinante para definir la permeabilidad del material.

ABSTRACT

Concrete in sea environment is exposed to chemical mechanisms of deterioration, most of them due to chloride and sulfate ions. The literature [1-4], recommend using cements with low content of aluminates (sulfate resistant cement) or mineral additions to improve the impermeability, mainly fly ash and silica fume. The principal objective of this election is to try to minimize the expansive reactions between the aggressive ions and the cement matrix. However, the most effective protection will undoubtedly be the one that prevents the penetration of aggressive substances. The ingress of any aggressive in concrete is determined by its porous structure, specially the accessible connected porosity. This porosity is defined by the composition of concrete and the chemical characteristics of cement. The results clearly show that the concrete including silica fume is significantly less porous and less permeable. In the rest of studied mixtures the porosity is higher and the pore radius is the most decisive factor in defining the permeability.

PALABRAS CLAVE: Porosidad, Permeabilidad, Cenizas volantes, Humo de Sílice, Ambiente marino.

1. INTRODUCCIÓN

El hormigón es uno de los materiales de construcción más utilizado en todo el mundo. Esto se debe a sus buenas propiedades estructurales, facilidad de fabricación y bajo coste. Sin embargo, hay algunas deficiencias importantes en las propiedades del hormigón, como la baja resistencia a tracción y la porosidad. La aparición de poros internos en el hormigón se debe a la naturaleza del mismo. Se trata de un material que es producto directo de los procesos de hidratación que implican la reacción entre el agua y el cemento. En todos los casos, los restos de agua en el hormigón, una vez endurecido, se convertirán en poros de diversos tamaños, que en gran parte serán poros capilares. Estos poros están conectados entre sí, ya sea directamente o a través de los poros de gel. Un volumen alto de poros determina una mayor capacidad de transporte de fluidos como el agua o gases, así como también por otras sustancias químicas normalmente

transportadas por los anteriores, y que son potencialmente perjudiciales para el hormigón. De esta forma puede iniciarse un proceso más o menos lento de deterioro de las estructuras compuestas por este material.

La distribución del tamaño de los poros está relacionada fundamentalmente con el tipo y velocidad de los mecanismos de transporte y de fijación, en relación con el agua. El rango del tamaño de poro comprende varios órdenes de magnitud en la pasta de cemento, pudiendo clasificarse en poros de compactación, poros de aire ocluido, poros capilares y poros de gel [5].

El hormigón expuesto al agua de mar puede deteriorarse debido a varios factores: la agresividad química de los constituyentes de la misma sobre los productos de hidratación del cemento, en especial sulfato y magnesio, a expansiones debidas a la reacción álcali-árido, si hay árido reactivo, a la presión de cristalización de sales en

el hormigón, a la acción del hielo en climas fríos, a la corrosión de las armaduras y a la erosión física debida al oleaje. Estas acciones producen un aumento de la permeabilidad del hormigón, retroalimentando el proceso [6].

La permeabilidad es la propiedad que mide la facilidad que tiene un material de ser atravesado por un fluido debido a la existencia de un gradiente de presión entre dos caras del mismo. En el caso del hormigón, y en el caso particular del ambiente marino, donde hay una gran concentración de agresivos químicos en medio acuoso, la permeabilidad representa un riesgo potencial de deterioro importante. Por lo tanto, con el fin de reducir la probabilidad de ser atacado por sustancias agresivas, se debe reducir la permeabilidad del hormigón, relacionada intrínsecamente con la porosidad del mismo. Esta deseada reducción se puede conseguir de varias formas, ya sea bajando el volumen total de los poros, o bien disminuyendo el volumen de aquellos poros de mayor tamaño (poros permeables). Los materiales suplementarios como el humo de sílice o cenizas volantes son muy bien conocidos por su capacidad de reducir de forma efectiva el volumen total de los poros.

En este sentido la Instrucción Española de Hormigón Estructural EHE-98 [7] exige, para el ambiente marino, utilizar hormigones de relación agua/cemento inferior a 0,5, contenido de cemento superior a 325 Kg/m³, el empleo de un cemento de características resistentes a este tipo de ambiente (MR o SR) y un recubrimiento superior a 45 mm. Los requisitos de otras normativas son similares o incluso más restrictivos. De esta forma se presupone un hormigón suficientemente impermeable y durable a las acciones agresivas del ambiente marino.

El objetivo del trabajo es estudiar con contrastación experimental cual es la variación de la distribución porosa que se produce en distintos hormigones al aportarle varias adiciones al cemento, así como investigar la influencia que la porosimetría tiene en el comportamiento del material frente al transporte provocado por un gradiente de presión.

2. MÉTODO EXPERIMENTAL

2.1. Materiales utilizados

En este estudio los hormigones se fabricaron con dos tipos de cemento sulforresistentes: cemento Pórtland puro CEM I 42,5 R/SR (CPRS) y cemento con escoria de alto horno CEM III/B 42,5 L/SR (EAH). Estos dos cementos se utilizaron en la dosificación de cuatro hormigones, uno por cada tipo de cemento, más otros dos utilizando CEM I 42,5 R/SR (CPRS) junto con adiciones, una en la que el cemento fue sustituido parcialmente por 20% de cenizas volantes (CV) y otra en la que se utilizó un 10% de humo de sílice (HS), dentro de los límites que permite la normativa actual de hormigón estructural [7]. Las propiedades químicas y físicas de los materiales utilizados se muestran en la Tabla 1. El árido fino empleado fue arena silícea de río

mientras que el árido grueso fue calizo machacado con un tamaño máximo de 20 mm. Con el fin de lograr una adecuada trabajabilidad se incorporó a la mezcla superplastificante de alto rendimiento (sika viscocrete 3425).

Tabla 1: Las propiedades químicas y físicas de los materiales cementicios

Parámetros (%)	CPRS	EAH	HS	CV
SiO ₂	3,06	26,70	85,00	40,66
Al ₂ O ₃		7,40	---	30,02
Fe ₂ O ₃		1,80	---	19,93
CaO	3,06	50,20	1,00	8,09
MgO	1,00	6,80	---	1,70
Na ₂ O		0,23	1,50	0,22
K ₂ O		0,78	---	1,13
SO ₃	3,26	3,03	2,00	0,85
Cl ⁻	0,01	0,03	0,1	0
Pérdida al fuego		1,50		1,14
Pérdida por calcinación	3,16	---	4	---
Residuo insoluble	1,25	1,48		---

2.2. La dosificación y preparación de las probetas

Los hormigones se dosificaron utilizando el método de la Peña. En todas las mezclas, se utilizó un contenido de cemento de 380 kg/m³ y una relación agua/cemento 0,45. En el caso de los hormigones con adición de humo de sílice y cenizas volantes se siguieron las recomendaciones de la EHE-98 [7] para las adiciones, sustituyendo el contenido de cemento C por C+KF, así como la relación A/C por A/(C+KF), siendo F el contenido de adición y K es el coeficiente de eficacia de la misma. Como coeficiente de la eficacia utilizado ha sido K = 2 para el humo de sílice y K = 0,3 para las cenizas volantes. La relación agua/material cementicio resultante es baja, y para conseguir una adecuada consistencia se añadió superplastificante en una cantidad variable entre 0,6 y 2 %, según el caso. En la Tabla (2) se muestran los detalles de las dosificaciones establecidas en el plan de ensayos.

Para la fabricación de todas las mezclas de hormigón se siguió el procedimiento descrito en la norma ASTM C 192 [8]. Para cada tipo de hormigón se hicieron cuatro amasadas, y de cada una de ellas se moldearon 14 probetas cilíndricas de 150 mm de diámetro y 300 mm de altura.

3. RESULTADOS

3.1. Características del hormigón en estado fresco

La Tabla 3 muestra la consistencia, el contenido de aire ocluido y el peso específico de cada una de las cuatro amasadas de hormigón.

Los valores de la consistencia son indicativos de la trabajabilidad de la mezcla. Debido a la baja relación agua/material cementicio, y especialmente en el caso de sustitución de parte del cemento por adiciones, las mezclas salían muy secas, por lo que en distintas pruebas de laboratorio se aportó un aditivo superfluidificante hasta ajustar las dosificaciones con una adecuada trabajabilidad. La reducción de trabajabilidad por aportación de adiciones fue más pronunciada en la amasada de CPRS+ 10% HS que en el resto, por lo que hubo que incorporar en este caso mayor cantidad de superplastificante. Esto se debe a la mayor superficie específica de las partículas de humo de sílice, respecto a la de las cenizas volantes o a las mismas partículas de cemento.

Tabla 2: Dosificaciones de los hormigones

Parámetros	CPRS	CPRS+ 10%HS	CPRS+ 20%CV	EAH
Cemento	380	304	357	380
HS	0	38	0	0
CV	0	0	76	0
Agua	171	154	195	171
Grava	1022	1022	1022	1022
Arena	787	787	787	787
SP (%)	0,97	2,00	0,60	1,30

Tabla 3: Características del hormigón fresco

Hormigón	Consistencia (cm)	Aire ocluido (%)
CPRS	12	2,40
CPRS+10% HS	15	3,80
CPRS +20%CV	12	2,70
EAH	17	2,70

3.2. Resistencia mecánica

En la Figura 1 se muestra el desarrollo de la resistencia a compresión de los distintos hormigones a las edades de 7 y 28 días. El ensayo se realizó según la norma UNE-EN 12390-3:2003. En los 7 primeros días se observa en la amasada con humo de sílice un desarrollo de resistencia a compresión sensiblemente mayor que en el resto de amasadas. Esto indica que el humo de sílice mejora la resistencia a compresión a edades tempranas, dato que está en consonancia con las propiedades que universalmente se le atribuyen a esta adición. Esta mejora además se mantiene a los 28 días ya que sigue siendo mayor la resistencia de la mezcla con humo de sílice, seguida por el hormigón con escoria de alto horno. La explicación radica en la actividad puzolanica de estas adiciones. En la mezcla de cenizas volantes se observa un desarrollo resistencias más lento que en cualquier otra, debido a que la actividad puzolanica de las cenizas volantes es lenta. Es importante señalar que un período de 28 días puede que no sea suficiente para el desarrollo de la máxima resistencia para mezclas con adiciones minerales, en comparación con el cemento de

control (cemento Pórtland puro), especialmente en el caso de las cenizas volantes.

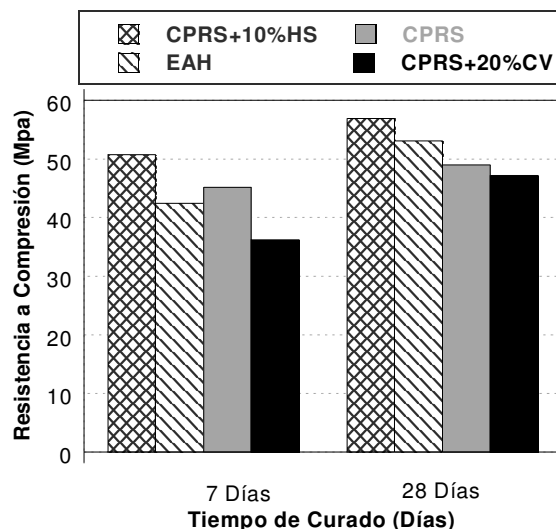


Figura 1. Resistencia a compresión a 7 y 28 días

3.3. Profundidad de penetración de agua bajo presión

Con objeto de comprobar la facilidad de introducción de agua en los distintos hormigones se realizó el ensayo de profundidad de penetración de agua bajo presión sobre dos probetas por dosificación según la norma UNE-EN 12390-8:2001. Según la EHE [7] la profundidad media de penetración de agua debe ser menor o igual a 15 m, a la vez que la profundidad máxima de penetración de agua debe ser menor o igual a 25 m. En todos los ensayos se cumplieron estas limitaciones, por lo que todos los hormigones se pueden calificar de suficientemente impermeables de acuerdo con dicha norma.

Los resultados del mismo se presentan en la Figura 2. En todos los casos, la profundidad de la penetración de agua en las probetas fabricadas con humo de sílice y EAH fue más baja que en el resto. Los hormigones estudiados se agrupan en su respuesta a la penetración de agua bajo presión del mismo modo que lo hacen para la resistencia a compresión.

3.4. Permeabilidad al oxígeno

Para comprobar la permeabilidad de los hormigones a gases se realizó el ensayo de permeabilidad al oxígeno según el método recomendado por la RILEM. De acuerdo con el mismo se prepararon dos lonchas cilíndricas de 150 mm de diámetro y 50 mm de altura. Estas lonchas se cortaron de la parte superior y de la parte inferior de una probeta de 150 mm de diámetro y 300 mm de altura con el fin de ser capaces de apreciar posibles diferencias debidas a la compactación dentro de la misma probeta. Los valores medios resultantes del ensayo sobre probetas de 3 meses de edad se muestran en la Figura 3. De acuerdo con el método RILEM CEMBUREAU9, el coeficiente de permeabilidad al

oxígeno, debe ser no mayor de $3 \times 10^{-16} \text{ m}^2$, lo cual se cumple también en todos los casos. Los resultados obtenidos en este ensayo siguen una tendencia parecida a los de penetración de agua bajo presión, siendo el hormigón con adición de humo de sílice el que dio el menor coeficiente de permeabilidad.

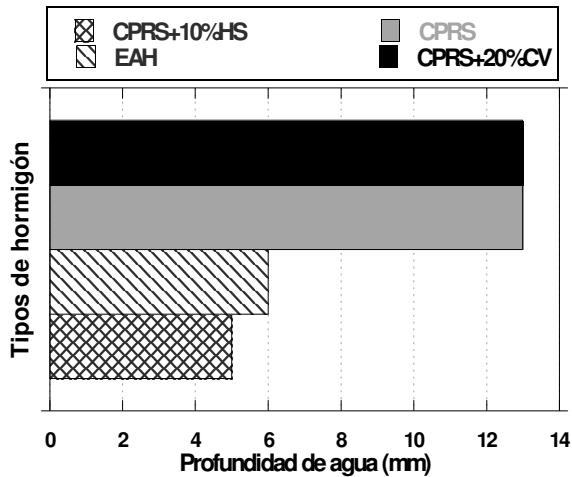


Figura 2. Profundidad media de la penetración de agua bajo presión a 3 meses

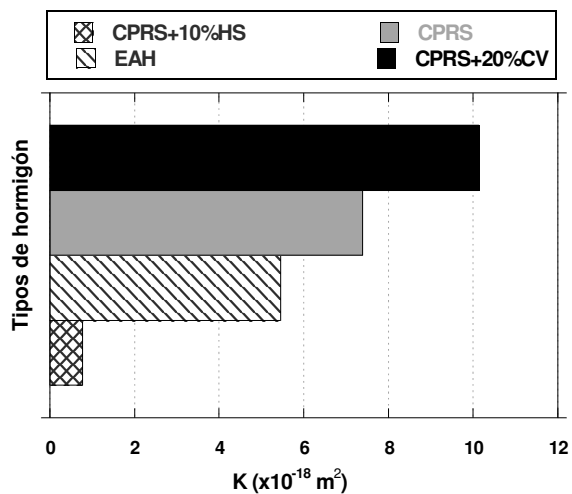


Figura 3. Coeficiente de permeabilidad al oxígeno a 3 meses

3.5. Estructura porosa

La porosidad total, así como la distribución de tamaño de poro se ha estudiado por porosimetría de intrusión de mercurio (MIP) en un rango de $0,006$ a $175 \mu\text{m}$, que nos permite evaluar los poros de aire y capilares. Los poros capilares presentan tamaños comprendidos entre 30 - $0.002 \mu\text{m}$ [9]. En la zona superior de este rango, los poros influyen negativamente en la resistencia mecánica del material y en la durabilidad. Los poros interlaminares o de gel CSH son los menores de 18 \AA , este tamaño se encuentra fuera de la posibilidad de valoración con porosímetro de mercurio y sólo se

pueden estudiar por isothermas de adsorción-desorción de gases. En cualquier caso su presencia no es negativa ni para la resistencia, ni para la durabilidad del material.

Para el ensayo se prepararon muestras con un peso comprendido entre 2 y 4 gramos, que fueron secados al vacío para degasificar la estructura porosa. Estas muestras fueron mantenidas en estufa a una temperatura de 40°C hasta el momento de ensayar.

Los resultados a 28 y 90 días se muestran en las Figuras 4, 5, 6, 7 y 8 para todos los tipos de hormigón estudiado. Como se puede apreciar, en todos los casos, al aumentar el tiempo de hidratación, disminuye la porosidad total, a la vez que la distribución porosa se desplaza hacia valores inferiores de diámetro del poro medio.

La porosidad total, en la dosificación que contenía cenizas volantes, es sensiblemente superior que en todas las demás amasadas. Esto se debe al retraso en la reacción puzolánica que va cerrando los poros con el tiempo. En la amasada con adición de humo de sílice se observa la menor porosidad total, junto con el menor diámetro de poro en todas las edades. En la Figura 9 se relacionan los valores de la porosidad total y la resistencia a compresión a 28 días.

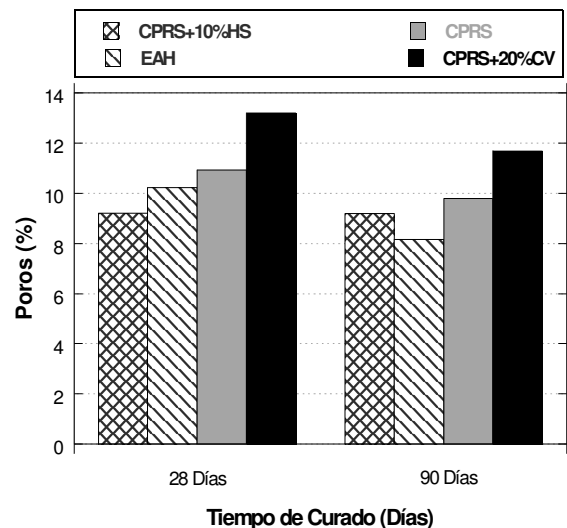


Figura 4. Porosidad total a 28 y 90 días

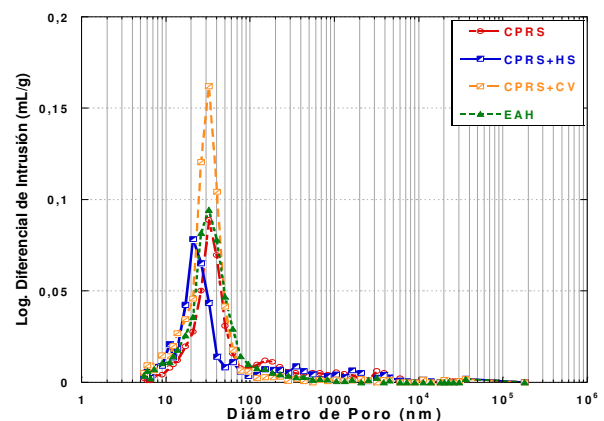


Figura 5. Distribución de tamaño de los poros a 28 días

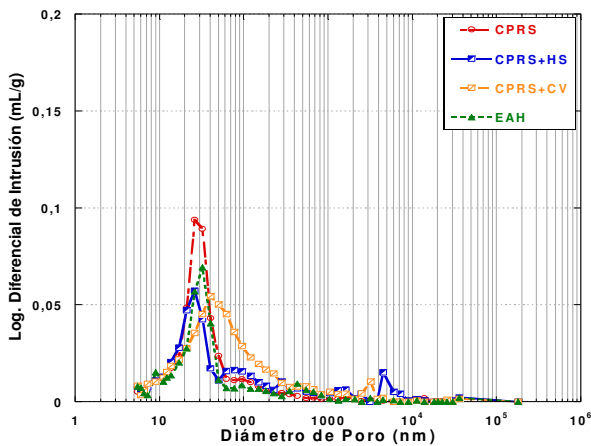


Figura 6. Distribución de tamaño de los poros a 90 días

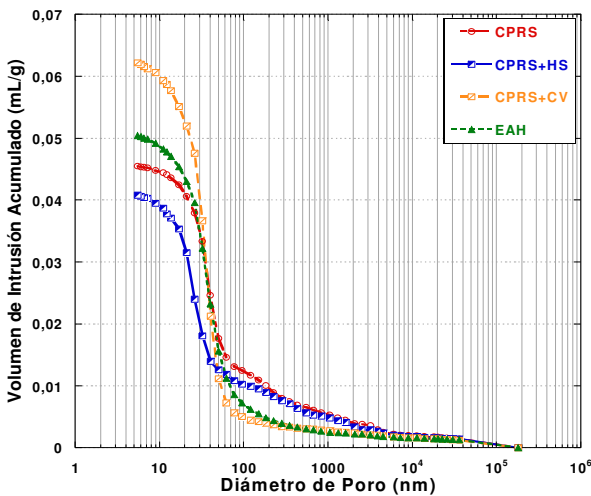


Figura 7. Porosidad total y distribución de los poros a 28 días

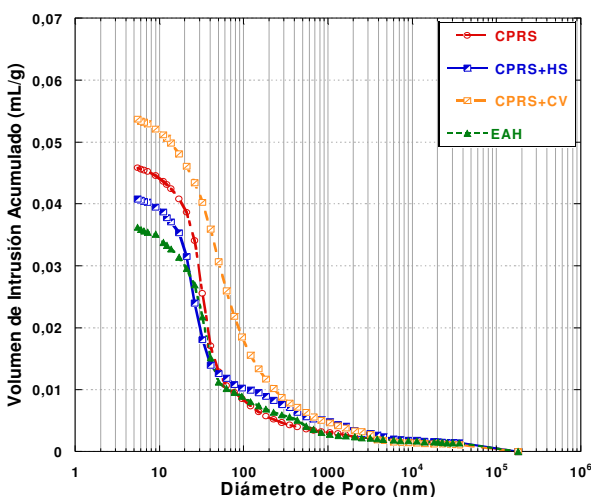


Figura 8. Porosidad total y distribución de los poros a 3 meses

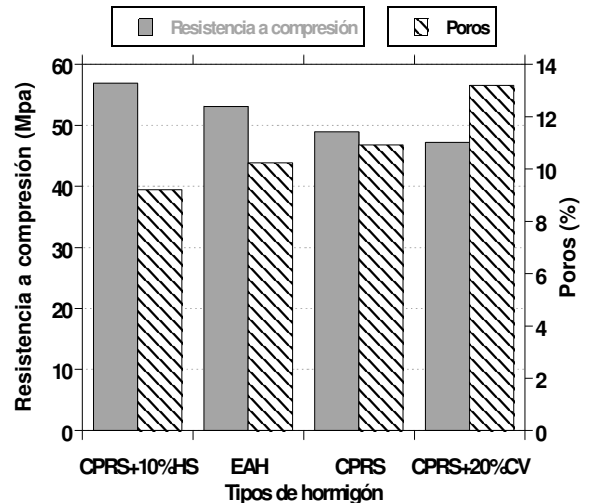


Figura 9. Relación entre la resistencia a la compresión y la porosidad a 28 días

4. COMENTARIOS FINALES

Comparando los resultados obtenidos con los distintos tipos de hormigones utilizados en la experimentación, se ha encontrado que la dosificación que contiene un 10% humo de sílice ha dado una indudable mejor resistencia que los demás. Esto era esperable a priori, sin embargo, haría falta profundizar en la investigación de otras características mecánicas, resistencia a tracción y módulo de elasticidad, que en principio no es tan evidente que sigan la misma tendencia.

La distribución de tamaño de poro en los hormigones cambia con el tipo y el contenido de cemento, relación agua/cemento, tipo de aditivos y adiciones, así como con la compactación del hormigón. Las Figuras 5 y 6 muestran las curvas de intrusión de mercurio de las mezclas estudiadas y la derivada del volumen de intrusión respecto al diámetro, respectivamente. En casi todas las mezclas (CPRS+10%HS, CPRS y EAH), la gran mayoría de los poros están concentrados en un estrecho intervalo de diámetros comprendidos entre 6 y 50 nm, 7 y 95 nm, y 6 y 95 nm respectivamente, mientras que en la mezcla de CPRS+20%CV el intervalo de diámetros se incrementa, dando lugar a una distribución de poros más amplia, comprendida entre 11 y 120 nm. Con la utilización del humo de sílice decrece el volumen de intrusión de mercurio según se puede observar en las Figuras 5 y 6. Este dato está en concordancia con los resultados de menor permeabilidad tanto al agua como gases que se han obtenido con la mezcla compuesta por humo de sílice. Ahora queda investigar si esta mejora que introduce el humo de sílice se plasma también en una mayor resistencia al ataque químico debido a los agresivos presentes en el agua de mar.

Es importante destacar que con el humo de sílice se obtiene a las primeras edades una estructura muy compacta, que no sufre modificaciones importantes cuando avanza el grado de hidratación. No es así en el

caso de las otras adiciones donde las reacciones puzolánicas cambian significativamente la distribución porosa del material.

La Figura 9 muestra la relación entre la porosidad total del material y la resistencia a compresión. En todos los hormigones estudiados se observa una tendencia inversa en estas variables acorde con los datos existentes en la bibliografía.

Con base en los resultados obtenidos hasta la fecha en la campaña experimental, se puede afirmar que tanto la resistencia como el comportamiento del hormigón frente al transporte de fluidos vienen determinados por la estructura porosa del material. Este trabajo se engloba dentro de un estudio más amplio que tiene como objetivo valorar la influencia de la composición del hormigón frente al ataque de los iones presentes en el agua marina, identificando y evaluando las posibles sinergias existentes entre ellos. Atendiendo a esta aplicación y considerando que el contacto con el medio agresivo se produce a las pocas horas de la fabricación del material se podrían resumir las siguientes conclusiones:

- Los datos obtenidos en todas las dosificaciones estudiadas muestran la relación directa entre la capacidad de transporte del material y la distribución porosa del mismo.
- Los resultados observados para los hormigones estudiados se agrupan en dos comportamientos diferenciados. Los hormigones CPRS y CPRS + 20%CV, presentan un comportamiento similar, menores resistencias, y mayor permeabilidad a los fluidos. Por otro lado los hormigones CPRS + 10%HS y EAH presentan un comportamiento también análogo, con mayor resistencia y menor capacidad de transporte de fluidos.
- El coeficiente de permeabilidad al oxígeno resulta más sensible para caracterizar las diferentes dosificaciones estudiadas en función de su capacidad de transporte.
- Es muy importante destacar la distinta evolución de la distribución porosa con la hidratación, en los hormigones estudiados. Una selección basada solo en el comportamiento del material a los 90 días podría determinar graves perjuicios en durabilidad, al permitir la penetración inicial de los agresivos.

5. AGRADECIMIENTOS

Los autores agradecen al Ministerio de Fomento y al Ministerio de Educación y Ciencia las ayudas económicas concedidas a través de los proyectos MFOM-2004/9 y BIA2005-09250-CO3-02, así como a través de una beca FPU para D. Safwat Mahmoud Abdelkader.

6. REFERENCIAS

- [1] Shannag, M. J., Hussein, A. S. " Sulfate resistance of high-performance concrete", Cement & concrete composites, 25, pp. 363-369 (2003).
- [2] Lee, S. T., H. Y., Swamy, R. N. " Sulfate attack and role of silica fume in resisting strength loss", Cement & concrete composites, 27, pp. 65-76, (2005).
- [3] Ganjian, E., Pouya, H. "Effect of magnesium and sulfate ions on durability of silica fume blended mixes exposed to the seawater tidal zone", Cement and concrete research, 35, pp. 1332-1343 (2005).
- [4] Sezer, G., Ramyar, K., Karasu, B., A. B., Sezer, A. "Image analysis of sulfate attack on hardened cement paste", Materials and Design, 29, pp. 224-231, (2008).
- [5] Menéndez, E. " Procesos expansivos del hormigón: Ensayos árido-álcali, ataque por sulfatos y ataque por hielo-deshielo. Sistema de prevención y actuaciones", Instituto de ciencias de la construcción Eduardo Torroja (CSIC), Curso de estudios mayores de la construcción.
- [6] Bermúdez M.Á., Alaejos, P. " Permeabilidad a los cloruros del hormigón armado situado en ambiente marino sumergido", Ingeniería de construcción, 22 N° 1, pp. 15-22 (2007).
- [7] EHE-98 " Instrucción Española de Hormigón Estructural", Ministerio de Fomento, (1998).
- [8] ASTM C 192 " Making and curing concrete test specimens in the laboratory"
- [9] Lorenzo, M. P. " Influencia de dos tipos de cenizas volantes españolas en la microestructura y durabilidad de la pasta de cemento hidratada", Universidad Complutense de Madrid, Facultad de Ciencias Químicas, España, (1993).

EDITORIAL	◆
CONFERENCIAS INVITADAS	◆
FRACTURA DE MATERIALES BIOLÓGICOS Y BIOMATERIALES	◆
FRACTURA DE MATERIALES CERÁMICOS Y PÉTREOS	◆
FRACTURA DE MATERIALES METÁLICOS	◆
FRACTURA DE MATERIALES POLÍMEROS	◆
FATIGA E INTERACCIÓN CON EL MEDIO AMBIENTE	◆
MÉTODOS ANALÍTICOS Y NUMÉRICOS	◆
SEGURIDAD Y DURABILIDAD DE ESTRUCTURAS	◆
TÉCNICAS EXPERIMENTALES	◆
APLICACIONES Y CASOS PRÁCTICOS EN INGENIERÍA	◆
ÍNDICE TEMÁTICO	◆
ÍNDICE DE AUTORES	◆

OBSERVACIÓN A TRAVÉS DEL MICROSCOPIO DE FUERZA ATOMICA DEL PROCESO DE INICIACIÓN DE LA CORROSIÓN EN UN ACERO DE ALTA RESISTENCIA

Javier Sánchez^{1*}, José Fullea¹, Carmen Andrade¹, Isabel Galán¹, Juan J. Gaitero², Antonio Porro²

¹ Instituto de Ciencias de la Construcción “Eduardo Torroja” (CSIC).

C/ Serrano Galvache, 4
28033 Madrid. España
E-mail: javiersm@ietcc.csic.es

² Labein Tecnalia

Parque Tecnológico de Bizkaia
C/ Geldo, Edificio 700
48160 Derio. España

RESUMEN

Los aceros de alta resistencia que se emplean como armaduras activas en estructuras de hormigón pretensado son aceros trefilados de composición eutéctica con una microestructura perlítica la cual está formada por una matriz de ferrita con láminas de cementita.

La elevada alcalinidad del hormigón hace que las armaduras se encuentren en estado pasivo sin embargo, las estructuras se encuentran en ocasiones en ambientes marinos, zonas industriales o se ven afectadas por las sales de deshielo lo que puede provocar la llegada de ciertos agresivos a la armadura y producir la corrosión de la misma. Dependiendo del tipo de picadura, la corrosión puede dar lugar al inicio de una fisura que se propaga a un determinado valor del factor de intensidad de tensiones, produciendo la rotura frágil del acero.

En el presente trabajo se presenta un estudio in situ de la corrosión de estos aceros por la acción del cloruro en medios neutros a partir de las imágenes obtenidas por un microscopio de fuerza atómica (AFM).

Las imágenes obtenidas revelan la microestructura perlítica del acero con un ataque preferencial de la ferrita, con la cementita actuando de cátodo. Se ha comprobado que es posible determinar la velocidad de corrosión a partir de una estimación de la pérdida de material por un estudio de la rugosidad superficial. Los resultados obtenidos concuerdan con lo predicho por la teoría del picado propuesta por Galvele en 1976, según la cual la velocidad de corrosión disminuye al aumentar la profundidad de la picadura.

ABSTRACT

The high strength steels employed as reinforcement in prestressed concrete structures are drawn wire steels of eutectoid composition with a pearlitic microstructure, which is composed of a ferritic matrix with Cementite layers.

Under common conditions, the high alkalinity of the concrete passivates the reinforcement; however, the structures are sometimes placed in maritime or industrial areas, or they are affected by deicing salts, what can lead to some aggressive agents reaching the steel and, subsequently, to their corrosion. In the case of pitting corrosion, it can incite a crack that grows up under specific value of stress intensity factor and it produces a brittle fracture.

This work is focused on the study, by atomic force microscope (AFM), of the early stages of the corrosion of such steels as a consequence of their exposure to a sodium chloride solution.

The obtained images show the pearlitic microstructure of the steel, with a preferential attack of the ferritic phase and the Cementite acting as a cathode. It has been determined the corrosion rate by calculating the amount of material lost by making a roughness study. The obtained results are in good agreement with the predictions of Galvele's theory, according to which the corrosion rate slows down as the pit depth increases.

PALABRAS CLAVE: Acero de alta resistencia, AFM, Corrosión.

1. INTRODUCCIÓN

El microscopio de fuerza atómica (AFM) ha sido empleado para el estudio topológico de la superficie de los materiales [1,2]. Otros autores han aplicado el AFM para el estudio in situ de la corrosión de diferentes metales en distintos medios [3-5] o para conocer la eficacia de los inhibidores de corrosión [6,7].

Los aceros de alta resistencia que se emplean como armaduras activas en estructuras de hormigón pretensado son aceros trefilados de composición eutectoide con una microestructura perlítica la cual está formada por una matriz de ferrita con láminas de cementita. La elevada alcalinidad del hormigón hace que las armaduras se encuentren en estado pasivo sin embargo, las estructuras se encuentran en ocasiones en ambientes marinos, zonas industriales o se ven afectadas por las sales de deshielo lo que puede provocar la llegada de ciertos agresivos a la armadura y producir la corrosión de la misma.

La importancia de la conservación de estos aceros para garantizar la seguridad de estructuras de hormigón pretensado hace que se realicen numerosos trabajos de investigación encaminados a conocer los mecanismos de corrosión a los se encuentran sometidos [8-12].

En el presente trabajo se presenta un estudio in situ de la corrosión de estos aceros por la acción del cloruro a partir de las imágenes obtenidas por un microscopio de fuerza atómica.

2. MATERIAL

El material estudiado es un acero de composición eutectoide, denominado alambrrn. Por lo tanto, la composición química está bien establecida y se muestra en la siguiente tabla:

Tabla 1. Composición química del acero.

%C	%Si	%Mn	%P	%S
0.77	0.2	0.7	≤0.02	≤0.03

Al enfriar el acero de composición eutectoide (0.77% C) por debajo de la temperatura de 723 °C, la austenita se transforma, por un proceso de nucleación y crecimiento, en un nuevo componente llamado perlita, consistente en placas alternadas de las fases Cementita (Fe₃C) y Ferrita. Su composición es constante y definida: 12.5% de cementita y 87.5% de ferrita, o bien 0.77% de C y 99.23% de Fe. Según la velocidad de enfriamiento, las láminas que conforman la ferrita aparecen más o menos separadas. La ferrita es hierro alfa prácticamente puro y cristaliza en un sistema cúbico centrado en el cuerpo. Es un constituyente blando, maleable y magnético. Por otra parte, la cementita es un carburo de hierro (6.67% C y 93.33% Fe) y cristaliza en el sistema ortorrmbico. Es un constituyente duro y frágil.

Con el fin de dotarle de la ductilidad necesaria para el estirado, disminuyendo el tamaño de grano de la perlita, así como para eliminar tensiones residuales introducidas durante la laminación, el alambrrn se somete a un tratamiento de patentado consistente en un calentamiento hasta 900 - 1000 °C y un doble enfriamiento posterior, primero controlado en el baño de plomo hasta 450 °C o 550 °C, y luego sin control hasta temperatura ambiente. Los residuos del baño de plomo se eliminan mediante un decapado con una solución ácida de clorhídrico y sulfúrico. Por último, el alambrrn se sumerge en agua caliente para que expulse el hidrógeno absorbido de los ácidos.

3. METODO EXPERIMENTAL

Para el estudio de la corrosión se empleó una muestra de alambrrn pulida sobre la que se depositó la solución 0.05M de NaCl.

El equipo utilizado fue un Dimension 3100 de Digital Instruments provisto de un soporte y una punta DNP-S de nitruro de silicio específicos para trabajar en líquidos. Todas las medidas fueron realizadas en modo contacto y para el ataque simplemente se depositaron unas gotas de la solución agresiva directamente sobre la muestra. No fue por tanto necesario el uso de ningún tipo de celda para contener el líquido porque debido a la gran superficie de la muestra y a las fuerzas capilares que se producen entre ésta y el soporte de la punta la disolución queda perfectamente confinada.

Para el estudio de la evolución del proceso de corrosión se escaneó, de forma ininterrumpida por un período de más de 2h, un área de 5x5 µm. Sólo al final del experimento se amplió el tamaño de la región estudiada para comprobar la generalidad de los resultados obtenidos.

La ventana sobre la que se realizó el estudio es de 5x5 µm, observándose la evolución de la superficie expuesta a la acción de la disolución de NaCl.

4. RESULTADOS EXPERIMENTALES

En las siguientes figuras se muestra la evolución de la superficie de alambrrn expuesta a la acción de la disolución de NaCl.

En el estado inicial, figura 1, se muestran las huellas del pulido sobre la superficie del acero. En esta etapa aún no ha empezado el ataque o deterioro producido por el medio.

A los 420s de exposición la superficie empieza a modificarse, y se hace menos notable la presencia de las huellas del pulido (figura 2).

Para un tiempo de 1080s se hace más notable el crecimiento epitaxial de los óxidos (figura 3).

En la figura 4 se puede apreciar cómo surgen diversos “surcos” en la superficie. En los siguientes barridos se hacen más evidentes dichos surcos, alcanzando éstos mayor profundidad.

En la figura 5 se muestra la imagen correspondiente al último barrido donde se puede ver claramente la disolución preferencial de una fase, la ferrita. Las “picaduras” generadas crecen tanto en número como en profundidad.

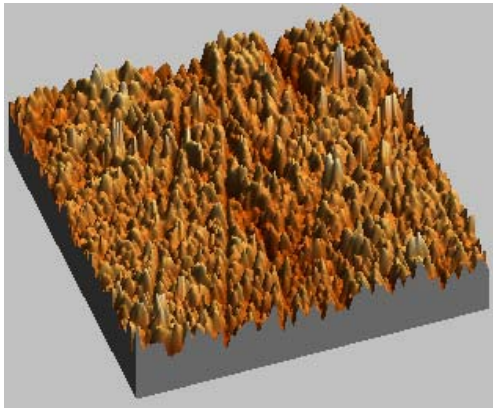


Figura 1. Ensayo inicial 000. Tiempo 0h / 0s.

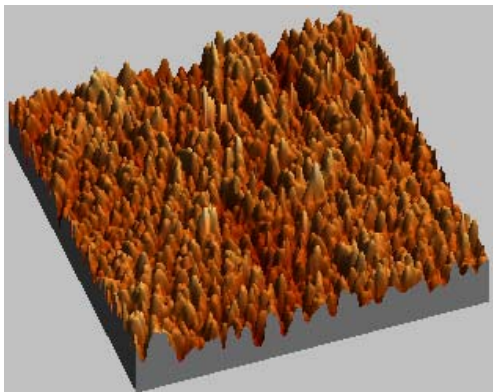


Figura 2. Ensayo 001. Tiempo 0.1167h / 420s.

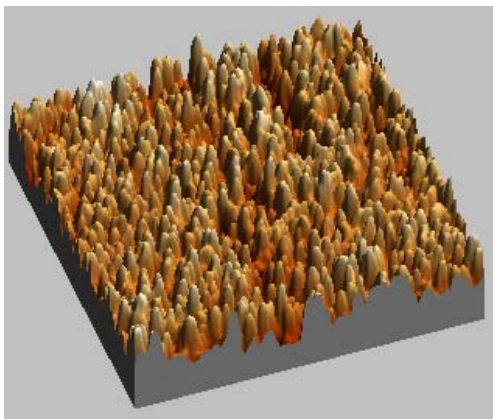


Figura 3. Ensayo 003. Tiempo 0.30h / 1080s.

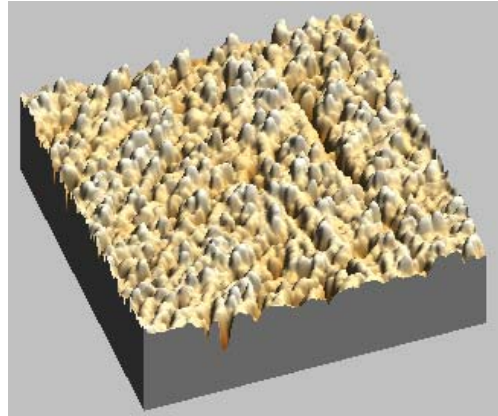


Figura 4. Ensayo 009. Tiempo 1.1167h / 4020s.

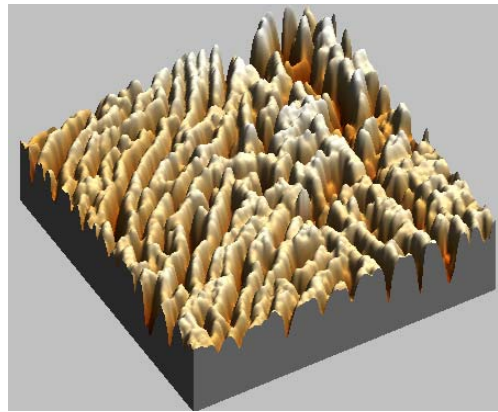


Figura 5. Ensayo 017. Tiempo 2.25h / 8100s.

Además de la imagen, se puede realizar un estudio sobre la evolución de la rugosidad superficial o topografía de la superficie. Al encontrarse el acero expuesto a un medio agresivo la rugosidad superficial varía en función del comportamiento frente a la corrosión. En la figura 6 se muestra la topografía a lo largo de un camino aleatorio en las superficies de las figuras 1 a la 5. A medida que transcurre el tiempo aumenta la rugosidad superficial, con la generación y crecimiento de picaduras. Las picaduras llegan a alcanzar profundidades superiores a los 100 nm al final del ensayo.

Otra manera de analizar la rugosidad superficial consiste en un histograma que representa el número de eventos para cada altura (figura 7).

En la figura 8 se muestra la evolución de la rugosidad con el tiempo. Es una representación similar a la anterior en la que se incorpora el eje del tiempo. Las curvas de nivel indican el número de eventos para cada altura y tiempo. Los valores negativos en la altura se corresponden con el crecimiento de las picaduras, como ya se ha mostrado en las figuras anteriores. Durante los primeros ensayos, la rugosidad se mantiene con pequeñas variaciones, pero a partir del 6° barrido (0.5h de ensayo) comienza a variar. Se puede constatar cómo crece la cola de la distribución hacia valores negativos, es decir, cómo aumenta la profundidad de las zonas anódicas en el área de estudio. Además, aumenta el

número de eventos, o lo que es lo mismo, aumenta el área afectada por la disolución anódica del material. El límite posible para el área de corrosión viene dado por la ferrita. Una vez que se encuentra afectada por corrosión toda la ferrita, sólo es posible el crecimiento de la picadura.

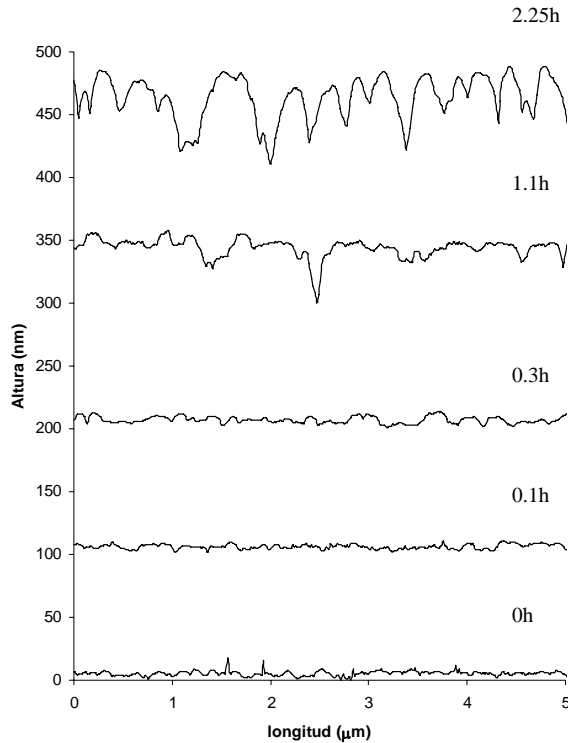


Figura 6. Perfil de alturas a lo largo de un camino aleatorio.

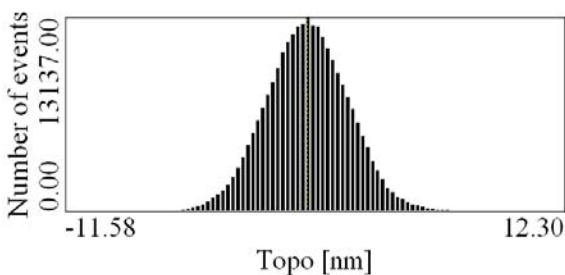


Figura 7. Rugosidad superficial para 0h.

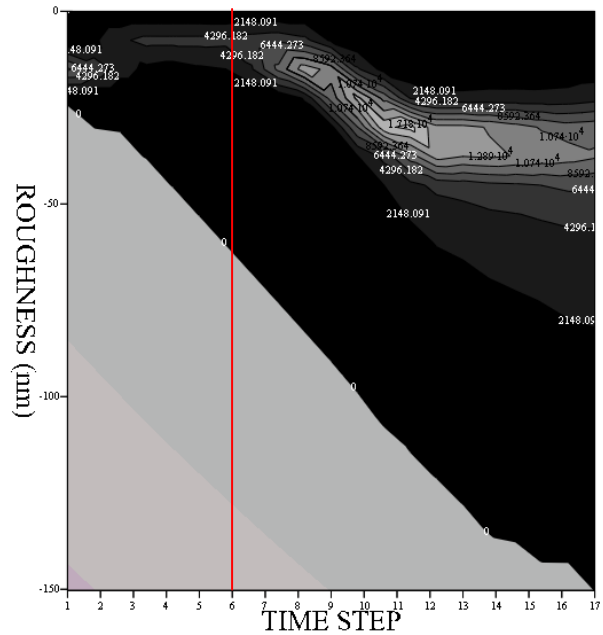


Figura 8. Evolución de la rugosidad superficial.

5. DISCUSION DE RESULTADOS

El examen de la superficie de acero expuesta a la acción de la solución de NaCl mediante la utilización de un AFM, trabajando en modo contacto, evidencia los cambios topográficos que sufre la superficie como consecuencia de un proceso corrosivo. De la observación de las imágenes y de la evolución del perfil topográfico, cabe deducir que el proceso corrosivo observado tiene dos etapas o fases bien definidas.

En una primera fase, en este caso comprendida entre 0 y 1800s, la distribución de profundidades del perfil topográfico mantiene una amplitud más o menos constante, mientras que su inicial simetría (ver figura 8) comienza a experimentar una progresiva deformación de la campana, detectándose la aparición de un 2º pico o máximo. Estos cambios pueden ser explicados mediante un incipiente proceso de formación de la primera capa de productos de corrosión con el ataque de los sitios más activos.

En una segunda etapa, a partir de 3000s, el segundo máximo observado va desapareciendo (figura 8), a la vez que la campana se deforma completamente, creciendo la cola hacia valores más negativos a medida que aumenta el tiempo de exposición de la superficie a la disolución de NaCl. Simultáneamente, la amplitud de la distribución de profundidades aumenta significativamente, lo cual se corresponde con la aparición y crecimiento de surcos debido al ataque preferencial de una de las fases del acero perlítico, la ferrita, que actúa como ánodo frente a la cementita.

En la figura 9 se muestran dos imágenes de AFM, correspondientes al mismo experimento, con diferentes tamaños de ventana y después de 8100s de exposición.

Estas imágenes muestran el revelado metalográfico de la estructura perlítica, es decir, la disolución selectiva de la fase ferrítica.

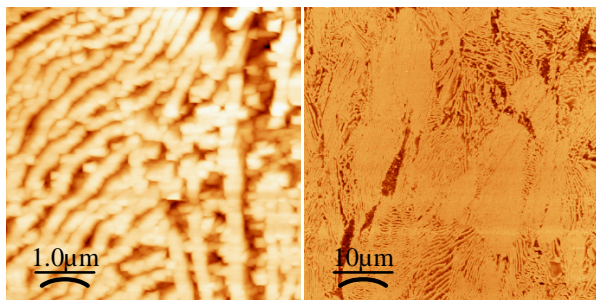


Figura 9. Vista de la estructura perlítica.

Los datos obtenidos durante el proceso experimental permiten realizar una cuantificación del proceso de corrosión. La superficie de medida, de dimensiones 5x5 μm, se ha caracterizado a través de la rugosidad superficial. De la rugosidad superficial, o lo que es lo mismo, a través de la distribución de las alturas medidas en el área de referencia, se puede obtener una variación de la altura. Partiendo de la hipótesis de que la ferrita se mantiene estable, esta variación de la altura en función del tiempo se puede transformar en una velocidad de corrosión promedio en el área medida.

En la figura 10 se muestra la evolución de la rugosidad superficial a lo largo del tiempo. En esta gráfica se puede apreciar perfectamente la existencia de las dos etapas o fases anteriormente descritas. La primera parte es la que se corresponde al inicio del proceso, con un ataque generalizado, leve, de los sitios activos que se encuentran en la superficie pulida. La segunda parte viene definida por un aumento de la rugosidad debida al ataque preferencial de una de las fases del acero. Durante la primera fase se mantiene prácticamente constante la rugosidad superficial, mientras que en la segunda fase se produce una variación de rugosidad, que se ha ajustado a un polinomio de grado 2 (Figura 11).

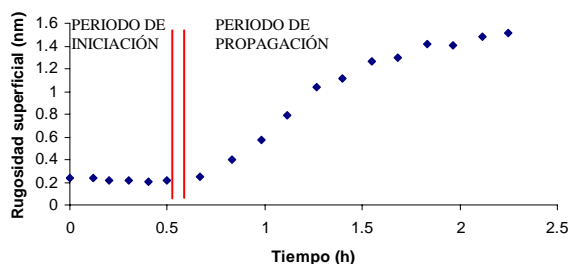


Figura 10. Variación de la rugosidad superficial.

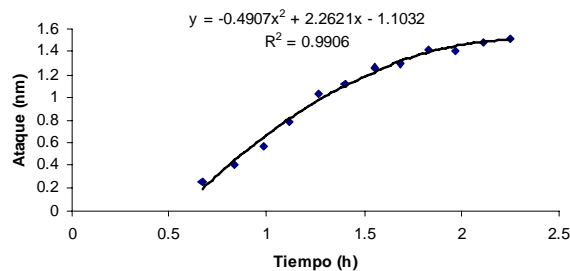


Figura 11. Ajuste de la variación de la profundidad de ataque frente al tiempo.

La velocidad de corrosión se puede expresar de diversas formas, todas ellas relacionadas a través de la Ley de Faraday: pérdida de espesor en un tiempo, pérdida de material por unidad de superficie en un tiempo, o intensidad de corrosión por unidad de superficie. En el estudio de la topografía se puede estimar la pérdida de material por disolución anódica en el área de medida a través de la variación de la rugosidad superficial con el tiempo. A su vez, como ya se ha mencionado, es posible expresar esta pérdida de material en intensidad de corrosión (μA/cm²). En la figura 12 se muestra la evolución de la velocidad de corrosión con el tiempo.

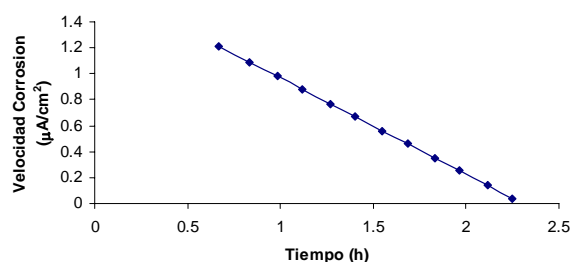


Figura 12. Velocidad de corrosión.

El mecanismo de crecimiento de una picadura es bien conocido y fue establecido por Galvele en 1976. En la figura 13 se muestra el modelo de picadura unidireccional desarrollado por Galvele [14].

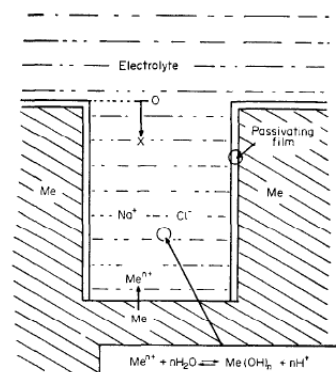


Figura 13. Unidirectional pit model. Galvele [14].

Según esta teoría el producto de la intensidad de corrosión (i) y la profundidad de la picadura (x) es una constante que viene determinada por la transferencia de materia entre el fondo de la picadura y la disolución. El

valor crítico del producto x^*i depende del pH de la disolución para un sistema dado. Otra interpretación de la teoría es que a medida que aumenta la profundidad de la picadura disminuye la intensidad de corrosión, lo cual concuerda con los resultados obtenidos en este estudio, utilizando un AFM, en un periodo de tiempo inferior a dos horas y media.

6. CONCLUSIONES

De todo lo anteriormente expuesto se puede concluir que:

1. La utilización de un AFM, trabajando en modo contacto, permite seguir el proceso de corrosión de un acero de alta resistencia expuesto a la acción de una solución salina, a través de la distribución de la rugosidad superficial a lo largo del tiempo.
2. La técnica utilizada permite distinguir dos fases o etapas diferenciadas en el inicio del proceso corrosivo, en la primera etapa se observa formación de una capa tenue de productos de corrosión y la segunda etapa más activa corresponde a un ataque selectivo de la fase ferrítica, que actúa como ánodo en presencia de la cementita, dejando de manifiesto, tras un periodo de tiempo superior a la hora y media, la estructura perlítica del acero.
3. El fenómeno observado responde al modelo de crecimiento de una picadura de Galvele, con una disminución de la velocidad de corrosión al aumentar la profundidad del ataque sufrido por el acero.

AGRADECIMIENTOS

Los autores desean agradecer al Consolider SEDUREC.

REFERENCIAS

- [1] TL Altshuler, Examination of plain carbon steels using an atomic force microscope. In: SC Cohen, MT Bray and ML Lightbody, Editors, Atomic force microscopy/scanning tunneling microscopy, Plenum, New York, pp. 167–180, 1994.
- [2] L Ratneshwar and SA John, Biological applications of atomic force microscopy. Am J Physiol: Cell Physiol 266, pp. C1–C21, 1994.
- [3] Li J, Lampner D. In-situ AFM study of pitting corrosion of cu thin films. Colloids and Surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects. 1999/8; 154(1-2):227-237
- [4] Wang R. An AFM and XPS study of corrosion caused by micro-liquid of dilute sulfuric acid on stainless steel. Applied Surface Science. 2004/4/15; 227(1-4):399-409
- [5] Xu L, Chan K, Fang HHP. Application of atomic force microscopy in the study of microbiologically influenced corrosion. Materials Characterization. 2002/4; 48(2-3):195-203.
- [6] Mu G, Li X. Inhibition of cold rolled steel corrosion by tween-20 in sulfuric acid: Weight loss, electrochemical and AFM approaches. Journal of Colloid and Interface Science. 2005/9/1; 289(1):184-192.
- [7] Olivares-Xometl O, Likhanova NV, Dominguez-Aguilar MA, Hallen JM, Zamudio LS, Arce E. Surface analysis of inhibitor films formed by imidazolines and amides on mild steel in an acidic environment. Applied Surface Science. 2006/1/15; 252(6):2139-2152.
- [8] Nürnberger U. “3rd. Symposium of Stress Corrosion Prestressing Steel ” Madrid, 1981.
- [9] Elices M. y Climent J. “2º Internacional Symposium of Stress Corrosion prestressing Steel” FIP. 1974.
- [10] Cherry, W., Price, S. M. “Pitting, Crevice and Stress Corrosion Cracking studies of cold drawn eutectoid steels” Corr. Scien Vol.20 pp. 1163, 1980.
- [11] Mguinn, K.F., Elices, M., “Stress Corrosion Resistance of Transverse Prepacked Prestressing Tendon in Tension” Brit. Corr. Journ., vol.20, n°3, pp. 187, 1985.
- [12] J. Fullera C. Alonso C. Andrade and P. Longo “Corrosión bajo tensión de un aceros de alta resistencia en presencia de cloruros. Anales de Mecánica de la Fractura. Secretaría del Grupo Español de Fractura (ISSN 02/3-3725) pp 331-336, 2002.
- [13] J. Toribio “Relationship between microstructure and strength in eutectoid steels” Materials Science and Engineering A, Vol. 387-389, pp. 227-230, 2004
- [14] J. R. Galvele “Transport processes in passivity breakdown—II. Full hydrolysis of the metal ions.” Corrosion Science, Volume 21, Issue 8, pp. 551-579, 1981.

A NEW DROP WEIGHT IMPACT MACHINE FOR STUDYING FRACTURE PROCESS IN STRUCTURAL CONCRETE

X. X. Zhang^{1,2}, G. Ruiz¹ and Rena C. Yu¹

¹ E.T.S. de Ingenieros de Caminos, Canales y Puertos, Universidad de Castilla-La Mancha
Avda. Camilo José Cela s/n,
13071 Ciudad Real, Spain
E-mail: zhangxiaoxinhrb@gmail.com

² College of Mechanical and Electrical Engineering, Harbin Engineering University
150001 Harbin, China

RESUMEN

Este artículo describe las principales características de un nuevo dispositivo de impacto que se ha diseñado específicamente para estudiar el comportamiento mecánico a altas velocidades de deformación del hormigón estructural. Este tipo de equipamiento genera procesos de fractura relativamente sencillos y fácilmente auscultables, al contrario que las explosiones controladas, las cuales producen patrones de figuración complejos y difíciles de medir y analizar. El dispositivo tiene dos elementos principales: la estructura mecánica que produce el impacto y el sistema de adquisición de datos. La primera consiste en un martillo de impacto que, guiado por dos columnas fijas, puede chocar contra la probeta transmitiendo una energía de hasta 7860 J. La segunda consiste en un conjunto de dinamómetros piezoeléctricos, de acelerómetros, acondicionadores de señal y osciloscopios. El artículo también presenta resultados preliminares, obtenidos con éste dispositivo de impacto, que muestran la sensibilidad de la energía de fractura de un hormigón de alta resistencia a la velocidad de deformación.

ABSTRACT

This paper describes the main characteristics of a new drop weight impact machine that has been specifically designed for studying the dynamic mechanical behaviour of structural concrete samples. Such type of equipment has been used to generate simple and measurable fracture processes under moderate to fast loading rates, as opposed to blast chambers, which produce complicated crack patterns that are difficult to analyze. The machine consists of two main parts, the mechanical structure and the data acquisition system. The former is just a hammer, guided by two robust columns, which can impact the specimen with energy up to 7860 J. The latter consists of piezoelectric force sensors, accelerometers and optical fibre photoelectric sensor plus oscilloscopes and signal conditioners. The paper also presents the results of some preliminary tests that show the sensitivity of the work of fracture to the loading rate.

KEY WORDS: drop weight impact machine, concrete, work of fracture.

1. INTRODUCTION

The response of concrete to dynamic loading is of interest in a variety of civilian and military applications. For example, the protective shells of nuclear power plants are expected to survive the impact loading of an incoming missile or other sources; airport runways must withstand repeated dynamic loads due to aircraft take off and landing; dynamic loading on concrete structures or buildings arising from natural hazards (such as Tornadoes, earthquakes and ocean waves) and accidental impact or deliberate explosion is also of great practical concern. Characterization of the behavior of concrete under impact or impulsive loading is a prerequisite for the design and analysis of these structures.

Several techniques have been developed to study the dynamic mechanical properties of concrete and concrete

structures. For instance, a modified Charpy impact test [1], as in the conventional Charpy impact machine used by the metallurgists, where a swinging pendulum is allowed to strike a specimen in its path thereby transferring momentum and causing high stress rates. Other significant impact tests include the split Hopkinson pressure bar test [2, 3], in which the specimen is sandwiched between two elastic pressure bars and stress waves are generated by using a drop weight or a projectile. Two techniques mentioned above are not convenient for testing the impact resistance of reinforced concrete or concrete structures owing to the dimensions of the sample, thus, a drop weight impact test is always used to study the impact response of the concrete structures [4-10].

In the paper, a new drop weight impact machine has been specifically designed for dynamic tests, and also some impact tests were conducted on a high strength

concrete. The explanations to the key phenomena are proposed.

This paper is structured as follows, the description of the machine is given in section 2, and detailed information for dynamic three points bending tests is presented in section 3. Section 4 the results are presented and discussed, finally, some conclusions are drawn.

2. DESCRIPTION OF THE DROP WEIGHT IMPACT MACHINE

The schematic diagram of the drop weight impact machine is shown in Fig. 1. The machine is located inside the visible strong floor of the laboratory of Materials and Structures of the ETSI Caminos C. y P. of Ciudad Real. The two columns that guide the hammer are prestressed against the upper and lower 1 m-thick slabs of the strong floor, their height being 3.7 m. The columns push the lower slab of the strong floor through a 95 mm-thick steel plate to which the supports for the specimens can be attached. Between the steel plate and the concrete floor we put a very thin neoprene layer so as to distribute the stresses transmitted to the floor as uniformly as possible. In this way, the strong floor serves as a very stiff reaction frame; likewise, it is able to dissipate the energy transmitted through the specimen with negligible movement. Besides, the operation of the machine produces no damage or disturbance whatever to the structure of the building containing the lab, since the strong floor is a completely independent structure.

The frame supports two 90 mm diameter guide columns (rails), in which a hammer can be raised to a suitable height by a hoist and chain system, and then allowed to fall to impact samples supported on two supports as shown in Fig. 1.

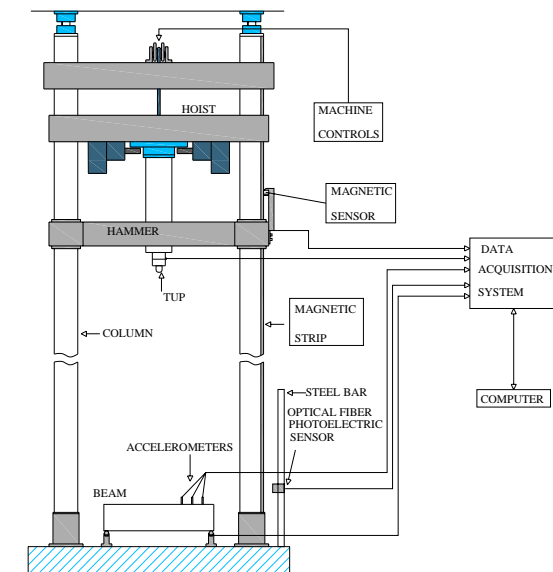


Figure 1. Schematic diagram of the drop weight impact machine.

The machine has the capability to provide a 2595 mm free drop height above the support. Two types of hammer were designed to fit for the tests on different types of specimens. One is the aluminium hammer with the mass 18.60 kg, the other is the steel hammer, and the mass can be from 60.55 kg to 315.55 kg, the increment is 15 kg. By dropping the hammer through different height, the applied loading rate can be varied.

2.1. Instrumentation used

(1) Force sensors

The impact force between the hammer tip and the specimen is measured by a piezoelectric force sensor (made by PCB Company), Model 204C, the measurement range is up to 177.92 kN. Moreover, the reaction force between the support and the specimen is determined by another two force sensors, Model 203B, with the maximum measurement 89 kN. The calibrations of the sensors were also supplied by the PCB Company, and the accuracy of sensors is 0.7 N.

(2) Accelerometers

The accelerometers mounted along the length of the beam are also piezoelectric sensors, with a resonant frequency greater than 70 kHz. With a resolution of 0.1 g, the accelerometers can read up to ± 1000 g (where g is the Earth's gravitational acceleration). The calibrations of the accelerometers were supplied by the PCB Company.

(3) Magnetic strip and magnetic sensor

The position of the hammer along the column can be detected by a magnetic strip mounted on the column and a magnetic sensor fixed on the side of the hammer (Model MSK 5000), with the resolution 0.001 mm.

(4) Optical fibre photoelectric sensor

When a steel plate fixed on the hammer that slides along the column passes by the light route of the optical fibre photoelectric sensor (Model: OMRON E3x-NA), which is mounted on a steel bar fixed on the steel frame shown in Fig. 1, the sensor emits a 24 voltages signal, which is used to trigger the data acquisition system.

(5) Data acquisition system

The data acquisition system consists of two Tektronix oscilloscopes (Model: TDS3014B), two signal conditioners (Model: 482A22), one HBM MGCplus device and a computer.

The signal conditioner is a four-channel, line - operated for sensor systems. This unit provides constant current excitation to the built-in sensor amplifier and decouples the AC signal from the DC bias voltage. The constant current output is from 2 to 20 mA.

HBM MGCplus device is used to acquire the data from the magnetic sensor, namely, the position of the hammer. The acceleration of the hammer can be obtained from the position versus time, and also the impact velocity can be determined.

The Tektronix oscilloscope has four channels to record the data from sensors during the impact process. The device has a bandwidth 100 MHz, maximum sample rate 1.25GHz.

3. DYNAMIC THREE POINTS BENDING TESTS

To investigate the effect of the loading rate on the fracture behaviour of the high strength concrete, three-point bending tests on notched beams were carried out as sketched in Fig. 1. The dimensions of the test beams were 100 ×100 mm in cross section, and 420 mm in total length. The initial notch-depth ratio was approximately 0.5, and the span was fixed at 400 mm during the test.

The drop height of the hammer was set 300 mm, the hammer acceleration was $9.42 \pm 0.25 \text{ m/s}^2$, and the impact velocity was $2.39 \pm 0.05 \text{ m/s}$. For the data acquisition system, the sample rate was set 1 MHz.

3.1. Material characterization

A single high strength concrete was used throughout the experiments, made with an andesite aggregate of 12 mm maximum size and ASTM type I cement. Microsilica fume slurry and superplasticizer (ACE 325, B225) were used in the concrete composition. The water to cement ratio (w/c) was fixed at 0.33.

There was a strict control of the specimen-making process, to minimize scattering in test results. All of the specimens were cast in steel molds, vibrated by a vibrating table, wrap-cured for 24 hours, demolded, and stored for 4 weeks in a moist chamber at 20 and 98% relative humidity until they were tested.

Compressive tests were conducted according to ASTM C39 and C469 on 75 mm×150 mm (diameter × height) cylinders. Brazilian tests were also carried out using the same dimensional cylinders following the procedures recommended by ASTM C496. We made 8 cylinders, 4 for compression tests and 4 for splitting tests. Table 1 shows the characteristic mechanical parameters of the concrete determined in the various characterization and control tests. The mass density of the material is 2337.5 kg/m^3 .

Table 1. Mechanical properties of the high strength concrete

	f_c (MPa)	f_t (MPa)	E_c (GPa)
Mean	96.98	5.18	33.87
Std. Dev	5.91	0.44	1.20

3.2. Determination of the loading point displacement

There are several techniques to measure the loading point displacement under dynamic loading conditions.

For example, a non-contact linear-proximity measuring system [7, 11], high speed camera [7, 12], accelerometers [4, 7]. Here, accelerometers were used to determine the loading point displacement.

Three accelerometers were mounted along the length of the beam as shown in Fig. 2, the distance between neighbours were 40 mm, and the left one (Position 1) was away from the centre of the specimen 80 mm. The displacement of position 1, 2 and 3 where accelerometers locate can be obtained by double integration of the acceleration, then, the loading point displacement can be determined by linear extrapolation.

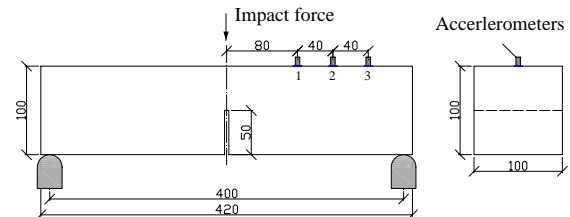


Figure 2. Geometry of specimen and positions of accelerometers.

4. EXPERIMENTAL RESULTS AND DISCUSSION

Five impact tests were conducted using the drop weight impact machine, the typical results are presented as follows.

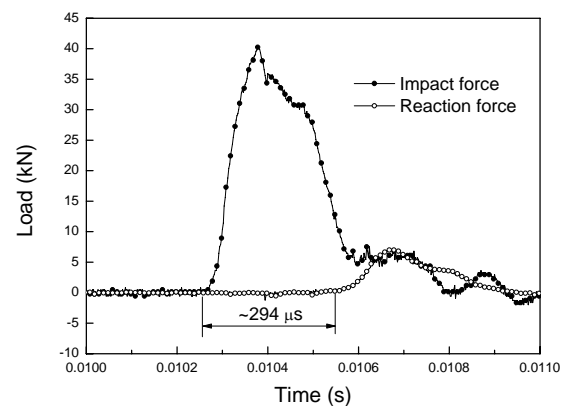


Figure 3. Typical impact and reaction forces versus time

Fig.3 shows a typical impact and reaction forces versus time curves, where the reaction force was evaluated by summing the values from both support data points. The actual impact pulse is the first pulse, with amplitude of 40.24 kN, the later a smaller amplitude pulse is rebound of the tup, recorded after the specimen has already failed. The reason the impact force actually starts at approximately 0.01026 s and not zero is because the signal has not been time shifted.

Compared the impact force with the reaction force, it is obvious that the peak load of the impact force (40.24 kN) is much greater than that of the reaction force (7.06 kN), and the latter is only 17.5% of the former. This indicates that the most of the impact force is used to

maintain the balance with the inertia force during loading, while only a small portion of the impact force is actually used to deform and fracture the specimen, its value equals the reaction force [4], thus, the reaction force was used to calculate the work of fracture under dynamic loading.

It is worth to note, the time interval is around $294 \mu\text{s}$ between the start points of the impact force and the reaction force. However, it only takes approximately $59 \mu\text{s}$ for the longitudinal stress wave travels from the impact point to the support point. Thus, there is an apparent time delay, this time delay was also found in reference [13], even the vertical movement of the reinforced beam was restrained using two steel yokes. The reason for this time delay can be explained as follows. Although the specimen begins to be loaded by the impact pulse as it reaches the specimen, the amplitude of its initial rise period is too small to enable the specimen to deform sufficiently so that variations in the contact resistance are generated. As such, the signal of the reaction force does not show an obvious variation during this initial loading period. However, when the impact energy absorbed by the specimen is large enough, a measurable signal variation begins due to the relatively great changes in contact resistance caused by the specimen deformation.

Fig. 4 shows the displacement of different positions along the beam versus time, the loading point displacement was obtained by linear extrapolation according to the displacement of position 1, 2 and 3.

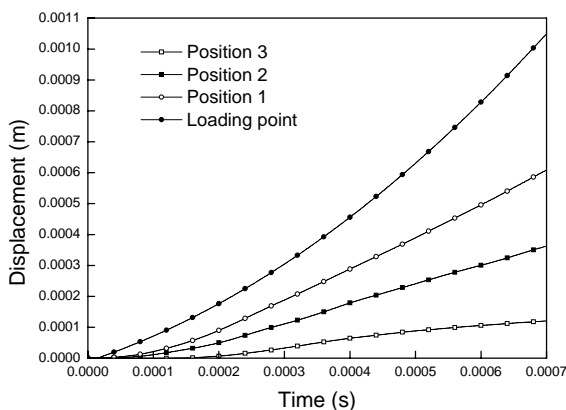


Figure 4. Displacement versus time.

Fig.5 shows the impact and the reaction forces versus time curves, the initial time of the reaction force has been shifted, thus, the impact and the reaction forces have the same starting points. The energy consumed by the specimen is determined by the area under the load-displacement curves. It is clear that most of the impact energy (9.91 J) absorbed by the beam is used to maintain the balance with the kinetic energy, strain energy and also some energy absorbed by the elastic deformation of the machine. Only a small portion of the impact energy, work of fracture (1.3 J) is used to deform and fracture the beam, this energy represents the

energy required to create two new fracture surfaces. In this case, the total energy provided by the hammer is 53.57 J.

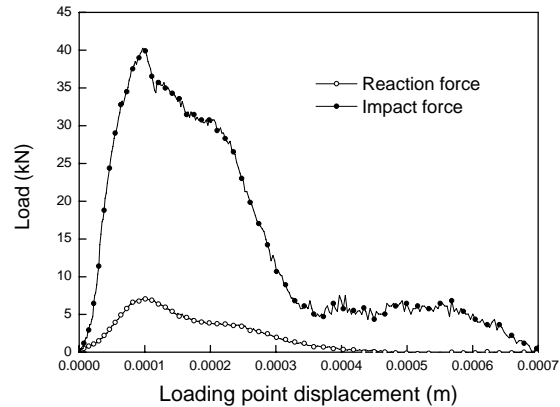


Figure 5. Load versus time.

Fig. 6 presents a comparison between the reaction force under impact loading and the bending load under static loading conditions. The static tests corresponded to a crosshead movement rate of $1.74 \times 10^{-8} \text{ m/s}$. The reaction force was adopted as the impact results, and also was used to calculate the work of fracture under impact loading as presented before. The work of fracture (1.3 J) under impact loading is much higher than that (0.7 J) under static loading, the significant loading rate sensitivity can be noticed. The concrete is stronger (high peak load) and tougher (more work of fracture) under impact loading than under static loading conditions. This tendency on high strength concrete is in accordance with the results obtained by other researchers[4, 14].

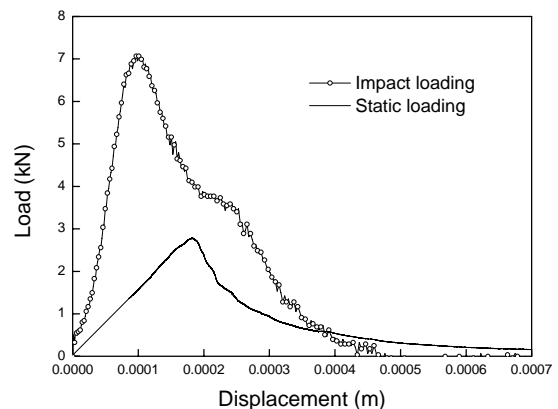


Figure 6. Comparison of load versus displacement.

5. CONCLUSIONS

A new drop weight impact machine is successfully made to investigate the impact behaviour of concrete and concrete structures.

The time delay during the test between the impact force and the reaction force is due to it takes some time for the relatively great changes in contact resistance caused by the specimen deformation.

Most of the impact force is used to maintain the balance with the inertia force, and only a small portion of the impact force is actually used to deform and fracture the specimen.

The high strength concrete is a loading rate sensitivity material, it resists higher load and absorbs more energy under impact loading than under static loading.

ACKNOWLEDGEMENTS

We acknowledge financial support for this research from Ministerio de Educación y Ciencia, Spain, under grants MAT 2006-356, and from OHL S.A. through research project O11.41781.

REFERENCES

- [1] Al-Oraimi S.K. & Seibi A.C., Mechanical characterisation and impact behaviour of concrete reinforced with natural fibres. *Composite Structures*, **32**, pp. 165-171, 1995.
- [2] Grote D.L., Park S.W. & Zhou M., Dynamic behavior of concrete at high strain rates and pressures: I. Experimental characterization. *International Journal of Impact Engineering*, **25**, pp. 869-886, 2001.
- [3] Weerheijm J., *Concrete under impact tensile loading and lateral compression*, PhD Thesis, Delft University of Technology, 1992.
- [4] Banthia N., Mindess S., Bentur A. & Pigeon M., Impact testing of concrete using a drop-weight impact machine. *Experimental Mechanics*, **29**, pp. 63-69, 1989.
- [5] Banthia N. & Mani M., Toughness indices of steel fiber reinforced concrete at subzero temperatures. *Cement and Concrete Research*, **23**, pp. 863-873, 1993.
- [6] Banthia N., Mindess S. & Trottier J.F., Impact resistance of steel fiber reinforced concrete. *ACI Materials Journal*, **93**, pp. 472-479, 1996.
- [7] Banthia N., Yan C. & Sakai K., Impact resistance of fiber reinforced concrete at subnormal temperatures. *Cement and Concrete Composites*, **20**, pp. 393-404, 1998.
- [8] Bindiganavile V. & Banthia N., Size effects and the dynamic response of plain concrete. *Journal of Materials in Civil Engineering*, **18**, pp. 485-491, 2006.
- [9] May I.M., Chen Y., Roger D., Owen J., Feng Y.T. & Thiele P.J., Reinforced concrete beams under drop-weight impact loads. *Computers and Concrete*, **3**, pp. 79-90, 2006.
- [10] Kishi N., Mikami H., Matsuoka K.G. & Ando T., Impact behavior of shear-failure-type RC beams without shear rebar. *International Journal of Impact Engineering*, **27**, pp. 955-968, 2002.
- [11] Jerome D.M. & Ross C.A., Simulation of the dynamic response of concrete beams externally reinforced with carbon-fiber reinforced plastic. *Computers and Structures*, **64**, pp. 1129-1153, 1997.
- [12] Hughes B.P. & Al-Dafiry H., Impact energy absorption at contact zone and supports of reinforced plain and fibrous concrete beams. *Construction and Building Materials*, **9**, pp. 239-244, 1995.
- [13] Soleimani S.M., Banthia N. & Mindess S., Behavior of RC beams under impact loading: Some new findings. *Proc. 6th Inertional Conference on Fracture Mechanics of Concrete and Concrete structures*, eds. A. Carpinteri, P. Gambarova, G. Ferro & G. A. Plizzari, Taylor & Francis: Italy, Catania, pp. 867-874, 2007.
- [14] Schuler H., Mayrhofer C. & Thoma K., Spall experiments for the measurement of the tensile strength and fracture energy of concrete at high strain rates. *International Journal of Impact Engineering*, **32**, pp. 1635-1650, 2006.

DETECCIÓN DE DAÑO EN ACERO ESTRUCTURAL SOMETIDO A DIFERENTES ESTADOS DE CARGA MEDIANTE TERMOGRAFÍA POR INFRARROJOS

C. Gómez, M. Canales, S. Calvo, J.L. Núñez

Área de Investigación, Desarrollo y Servicios Tecnológicos
Instituto Tecnológico de Aragón (ITA)
María de Luna, 8. 50018. Zaragoza, España. Tfno.- 976-71-60-50 Fax.- 976-71-62-01
e-mail.- criguez@ita.es

RESUMEN

La Termografía por Infrarrojos se presenta como un método no destructivo para la detección de daño mecánico, a partir del análisis de la evolución de la temperatura superficial externa del material. En el caso de materiales sometidos a cargas cíclicas esta metodología experimental, basada en la determinación del mapa térmico superficial de una probeta, posibilita la obtención de su límite de fatiga.

El presente estudio analiza la aplicación de esta metodología al acero S355 J2G3, sometido a cargas axiales y torsionales, estáticas y cíclicas. Inicialmente se describen el material, las condiciones de ensayo y se comprueba el incremento de temperatura que ocurre en el material sometido a cargas estáticas, colocando adicionalmente, termopares en la superficie de las probetas y observando la influencia de la velocidad de ensayo. Posteriormente, se analiza y compara los resultados del límite a fatiga obtenidos al aplicar este método con los resultados procedentes de ensayos de fatiga de curvas S-N, comprobando la validez de dicha técnica como método alternativo a los tradicionales.

ABSTRACT

The Thermography by Infrared is shown as a non-destructive method to determinate the mechanic damage, from the analysis of the external temperature evolution in the material. In case of materials under cyclic loads this experimental methodology, based on the surface thermal maps determination on the specimen, it is possible to obtain the fatigue limit of these materials.

The main scope of this study consist of applying this methodology to the S355 J2G3 structural steel, under axial and torque, static and cyclic loads. Initially, material and test conditions are described and the temperature increased that reach the material under static load, are checked additionally by means of putting thermocouples on the specimen surface. Once data are analysed and the fatigue limit results, obtained from this method, are compared with the others from S-N curves of fatigue tests, this technique can consider validated as an alternative method to the classic ones.

PALABRAS CLAVE: acero, termografía, fatiga axial y torsional.

1. INTRODUCCIÓN

La termografía es una técnica de medida de no contacto que permite determinar rangos de temperatura o mapas térmicos en zonas superficiales como consecuencia de la aplicación de incrementos de tensiones, según distintas formas de mecanismos de fractura. Desde 1921, se han aplicado técnicas térmicas tales como termopares colocados en la superficie del material para detectar cambios en la temperatura. Durante las últimas décadas del siglo XX y al inicio del siglo XXI, varios autores han utilizado las técnicas termográficas para predecir la vida a fatiga (uni axial) por medio de diferentes metodologías. Luong [1] en 1998 propuso la técnica de termografía por infrarrojo para evaluar el límite de fatiga en metales y Risitano [2] en el 2000 estableció una metodología para la determinación rápida del límite de fatiga en materiales y componentes industriales. Actualmente, Meneghetti

[3] explica un análisis similar que incluye un modelo de daño para aceros inoxidables.

En este trabajo se ha estudiado, además de la sollicitación estática axial y torsional [4,5], la sollicitación a fatiga [4,5,6,7] en ambas direcciones, con el objetivo de determinar el grado de detección del daño mediante dicha técnica. En futuros trabajos se estudiará la detección del límite de fatiga como resultado de la combinación simultánea de ambas cargas, axial y torsional.

Inicialmente se describirán el material y las condiciones de ensayo utilizados para el cálculo de la amplitud de tensión axial y tangencial que definirá el límite de fatiga en ambas direcciones. Posteriormente, se analizarán los resultados obtenidos con el objetivo de validar esta técnica tras comparar con los resultados procedentes de ensayos de fatiga S-N consultados en

diversa bibliografía bajo condiciones de ensayo y materiales similares [8].

2. MATERIAL DE ENSAYO

El material utilizado para la aplicación de esta técnica es el acero S355 J2G3 de composición química: 0.23% max C, 1.70% max Mn, 0.60% max Si, 0.045% max P y 0.045% max S, cuyas propiedades monotónicas y cíclicas vienen indicadas en la tabla 1.

Se mecanizaron probetas tubulares [7] a partir de una barra maciza de 30 mm de diámetro de acero calmado. El hueco interior se mecanizó mediante un mandrinado consiguiendo niveles de rugosidad superficiales exteriores e interiores entre 1-5 μm . Previo al ensayo se procedió a un pulido en torno para eliminar cualquier marca superficial procedente del mecanizado.

Tabla 1. Propiedades monotónicas y cíclicas del acero S355 J2G3

Propiedades monotónicas	
Tensión de fluencia, $\sigma_{p0.2}$	386.0 MPa
Resistencia última, σ_u	639.54 MPa
Tensión de rotura, σ_t	536.31 MPa
Módulo elástico, E	206.03 GPa
Módulo de cortadura, G	77.71 GPa
Propiedades cíclicas uniaxiales	
Coefficiente de resistencia, K'	720.94 MPa
Exponente de endurecimiento, n'	0.1258
Resistencia de fluencia cíclica, σ'_y	330.0 MPa
Coefficiente de resistencia de fatiga, σ'_f	525.31 MPa
Exponente de resistencia de fatiga, b	-0.0521
Coefficiente de ductilidad de fatiga, ϵ'_f	0.0662
Exponente de ductilidad de fatiga, c	-0.3987
Propiedades cíclicas torsionales	
Coefficiente de resistencia, K'_γ	518.44 MPa
Exponente de endurecimiento, n'_γ	0.1390
Resistencia de fluencia cíclica, τ'_y	220 MPa
Coefficiente de resistencia de fatiga, τ'_f	386.49 MPa
Exponente de resistencia de fatiga, b_γ	-0.05034
Coefficiente de ductilidad de fatiga, γ'_f	0.0814
Exponente de ductilidad de fatiga, c_γ	-0.3317

3. MÉTODO EXPERIMENTAL

Los ensayos propuestos se llevaron a cabo en una máquina servohidráulica INSTRON biaxial 8850 de capacidad 100 kN axial y 750 Nm de par. Durante los ensayos realizados, la temperatura en la superficie de la probeta se adquirió de forma simultánea mediante: una cámara termográfica (TerCAMTM E45 de FLIR Systems) de +2C° de resolución y dos termopares de tipo k, colocados en dos puntos opuestos de la probeta,

junto con un sistema continuo de adquisición de datos MG-Plus de HBM, según se muestra en la figura 1.

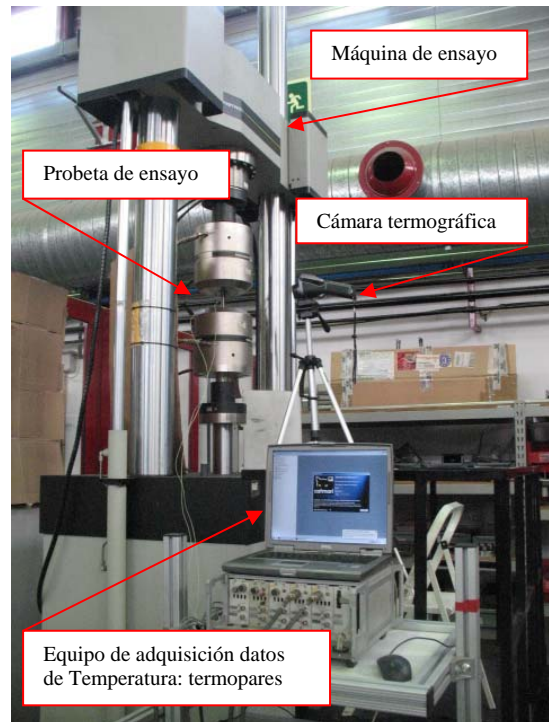


Figura 1. Montaje de ensayo con cámara termográfica y termopares.

Debido al hecho de que se trabaja con probetas metálicas, fue necesario pintar la superficie con pintura negra mate para evitar reflejos en la captura de la imagen termográfica y por lo tanto, evitar la posibilidad de obtener una medida errónea del valor de la temperatura.

Para la aplicación de esta metodología no se precisa una probeta por nivel de ensayo sino que, la misma probeta es sometida a distintos niveles de tensión de amplitud constante, de forma secuencial en orden ascendente y a frecuencia constante. La selección de los niveles de ensayo se realizó según los resultados obtenidos en estudios anteriores [4,5]. En todos los ensayos cíclicos, el nivel de tensión media tanto axial como tangencial fue cero.

El criterio de fin de ensayo para pasar al siguiente nivel de tensión, consistió en ciclar la probeta hasta conseguir una estabilización de la temperatura de la misma, o una disminución del 80% en la amplitud de desplazamiento (axial o angular respectivamente) respecto al inicial.

Los ensayos estáticos a realizar tanto en dirección axial (tracción) como torsional se plantearon según criterio de rotura, ya que el objetivo era determinar el calentamiento que se produce en la superficie de la probeta bajo dicho tipo de sollicitación.

4. ANÁLISIS Y DISCUSIÓN DE RESULTADOS

4.1 Detección del daño mecánico para cargas estáticas. Influencia de la velocidad de ensayo para carga torsional.

Las curvas de carga e incremento de temperatura que aparecen en las figuras 2 a 4 muestran claras diferencias en el comportamiento térmico del material cuando está sometido a cargas estáticas de tracción o torsión.

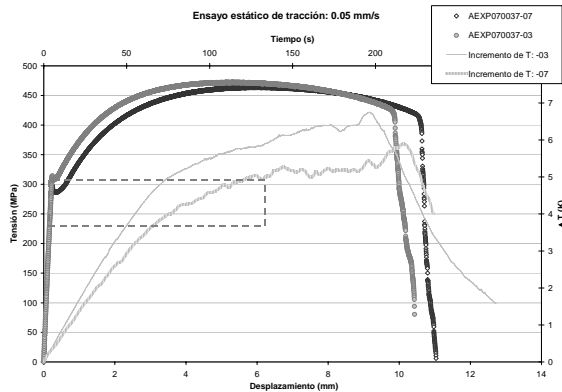


Figura 2. Evolución de la tensión y del ΔT superficial en ensayo de tracción hasta rotura.

En el caso de los ensayos de tracción a una misma velocidad de actuación, 0.05 mm/s se observa un incremento de la temperatura lineal acorde con la zona elástica del material. Dicho incremento de temperatura comienza a estabilizarse en el momento en el que la probeta empieza a plastificar hasta un máximo coincidente con el momento de rotura.

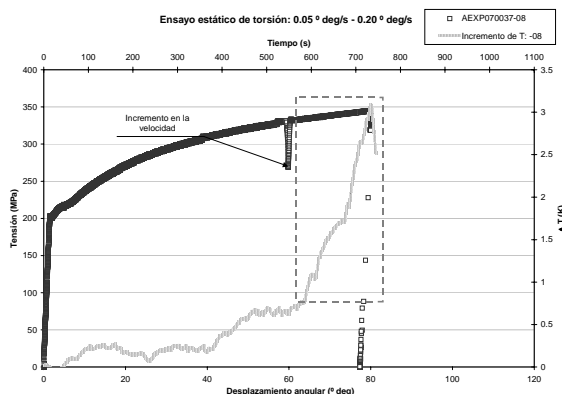


Figura 3. Evolución de la tensión y del ΔT superficial en ensayo de torsión, a velocidad de ensayo entre 0.05 y 0.20 °deg/s.

Sin embargo, las curvas procedentes de los ensayos de torsión informan que la velocidad de actuación de la carga tiene una clara influencia en el incremento de temperatura observado. Dicho incremento comienza a ser significativo a partir de una velocidad de

0.20°deg/s, siendo evidente a 0.40 °deg/s. En este caso, no ha sido posible ensayar la probeta hasta rotura, debido a la limitación de la máquina de ensayos, por lo que está pendiente corroborar la posible aparición de un máximo de temperatura en el momento de la rotura del material.

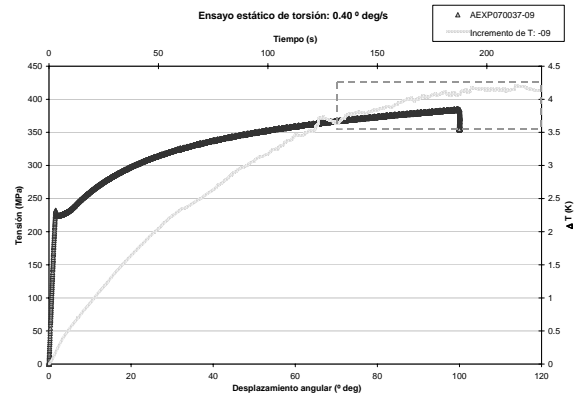


Figura 4. Evolución de la tensión y del ΔT superficial en ensayo de torsión a velocidad de ensayo 0.40°deg/s.

La figura 5 muestra un ejemplo de las imágenes termográficas obtenidas, en este caso durante el ensayo de tracción, de modo que se puede apreciar la zona de estricción de la probeta en su zona central desde los 24.80°C iniciales, hasta los 36.40 °C en la rotura.

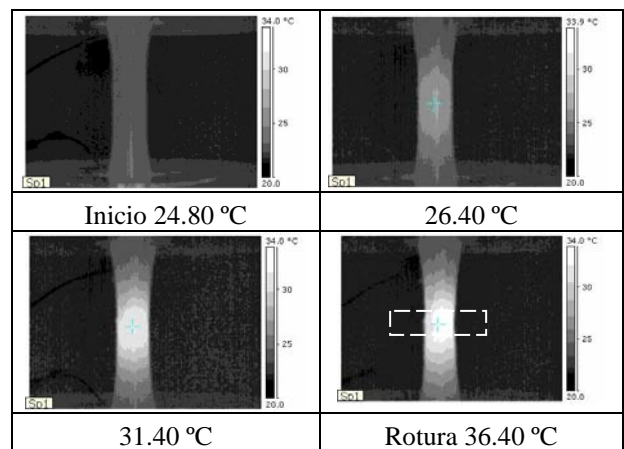


Figura 5. Mapas térmicos de la probeta durante el ensayo de tracción.

El incremento de temperatura observado en ambos tipos de ensayos estáticos es del mismo orden de magnitud, siendo el de tracción ligeramente superior y teniendo en cuenta que en el ensayo torsional no se alcanzó la rotura de la probeta.

4.2 Detección del daño mecánico para cargas cíclicas axial y torsional.

A continuación se presentan en la tabla 2 los resultados del incremento de temperatura obtenido para cada uno de los niveles de amplitud de tensión ensayados:

Tabla 2 Máximo ΔT en la probeta a diferentes niveles de tensión cíclica para fatiga axial y torsional.

Nivel	σ_a (MPa)	ΔT (K)	τ_a (MPa)	ΔT (K)
		AEXP07 0037-01		AEXP07 0037-02
1	250	2.282	118	0.247
2	255	2.758	148	0.518
3	260	3.332	177	24.116
4	265	3.976	180	108.01
5	270	5.309	182	119.91
6	280	10.294	183	120.99
7	290	37.890	188	144.98
8	295	63.490	192	111.82

Para la obtención del incremento de temperatura, se fijó un número determinado de ciclos, en este caso 5.000 ciclos, para cada uno de los niveles de carga. Se seleccionó este número de ciclos ya que para los casos de σ_a más bajos, la estabilización del ΔT se alcanzaba próximo a dicho valor.

Los resultados obtenidos en los ensayos de fatiga muestran que, en valores de tensión próximos al límite de fatiga del material, se produce un incremento de temperatura brusco respecto a niveles inferiores en ambos tipos de sollicitaciones, axial y torsional. Este fenómeno, detectado durante el ensayo por la disminución de amplitud de desplazamiento (criterio establecido como identificador del fallo de la probeta en un ensayo controlado por carga), informa desde el punto de vista estructural de la próxima pérdida de rigidez de la probeta.

El calentamiento significativo de la superficie de la probeta se origina cuando se produce un proceso de plastificación del material y una contribución importante del trabajo generado por esta deformación plástica se convierte en calor. Este trabajo por unidad de volumen se puede evaluar por integración de la curva de histéresis del material siendo este término, denominado *disipación intrínseca de energía*, el que se detecta con la termografía por infrarrojos en materiales metálicos[1, 9].

Tabla 3. Parámetros de la cámara termográfica FLIR.

Probetas	2MUES070037 -01	2MUES070037 -06
Emisividad	0.88	0.89
T ^a reflejada(°C)	25.50	24
T ^a atmósfera(°C)	25.50	24
Humedad (%)	47	48
Distancia (m)	0.5	0.5

La tabla 3 indica los parámetros de definición para la correcta adquisición de la temperatura mediante la técnica por infrarrojos. El software de tratamiento de imágenes utilizado fue el *ThermaCAMTM QuickView* de FLIR Systems Ver.1.1+. La figura 6 presentan los mapas térmicos, capturados en la superficie de la probeta, correspondientes a un ensayo de fatiga axial con diferentes valores de tensión y ciclos. La captura de imágenes se realizó de forma manual, de modo que para disponer de los datos de temperatura superficial de la probeta “on-line” se colocaron dos termopares tal y como se indicaba en la Figura 1.

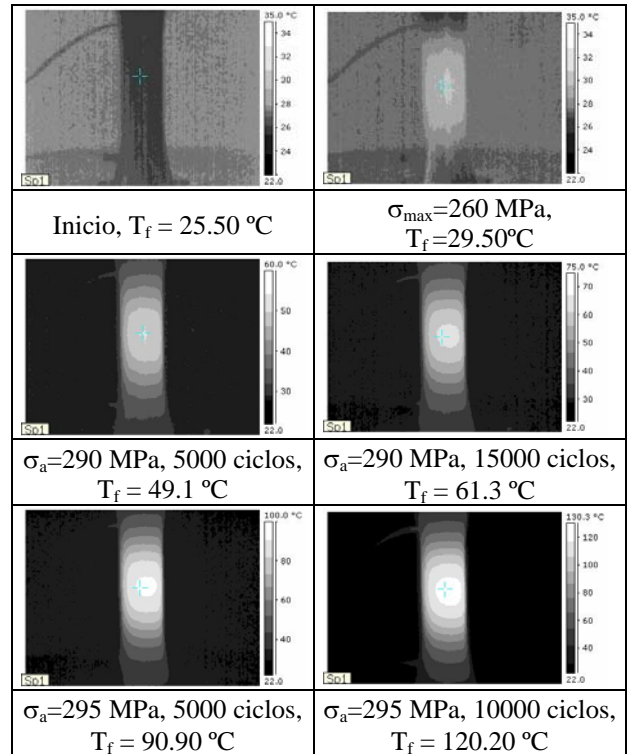


Figura 6. Mapas térmicos en el ensayo cíclico axial.

En el último nivel de tensión (295 MPa), la probeta rompió a los 14.398 ciclos, tal y como se observa en la figura 7.



Figura 7. Aspecto de la grieta tras rotura de la probeta 2MUES070037-01 tras ensayo de fatiga axial.

La figura 8 muestra la evolución de la T^a respecto al ciclado axial a ± 295 MPa (14.398 ciclos) hasta fallo. Este nivel se ensayó a lo largo de 2 días de forma interrumpida; por esta razón en el gráfico se observa una brusca disminución hasta cero del incremento de temperatura a los 5.323 ciclos.

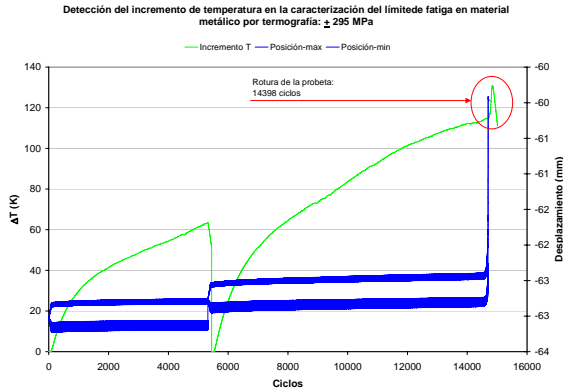


Figura 8. Evolución de la temperatura superficial de la probeta AEXP070037-01 durante el ciclado axial.

Análogamente, la figura 9 muestra el aspecto de la grieta resultante, tras la realización de un ensayo cíclico torsional hasta el nivel de amplitud de tensión tangencial de 192 Mpa hasta el fallo a los 964 ciclos. Al igual que en la caracterización cíclica torsional [5], se observa un crecimiento de grieta longitudinal respecto al eje de la probeta y en sus extremos, la división de ésta en una bifurcación de 45° respecto a dicho eje característica en este tipo de sollicitación.

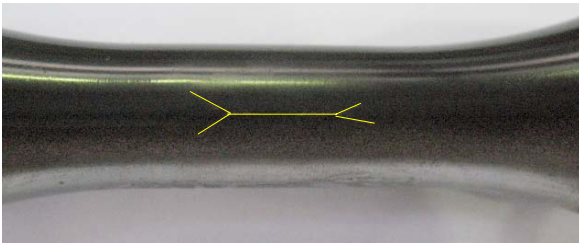


Figura 9. Aspecto de la grieta tras rotura de la probeta AEXP070037-02 tras ensayo de fatiga torsional.

4.3 Obtención del límite de fatiga del material. Comparativa y discusión.

Una vez obtenidos los máximos incrementos de temperatura para cada uno de los niveles de amplitud de tensión, tal y como se muestra en la tabla 2, la metodología para determinar el límite de fatiga del material, consiste en representar los incrementos de temperatura, ΔT [1, 2, 3] para cada uno de los niveles. La intersección entre las dos rectas, definidas por el cambio drástico observado en el gráfico resultante, determinará el valor del límite de fatiga.

Una simplificación en el método puede ser la intersección directa entre la segunda pendiente y el eje de abscisas, tal y como se observa en la figura 10, ya que a niveles por debajo del límite de fatiga los incrementos de temperatura son muy pequeños. Asimismo, el límite de fatiga también se puede obtener considerando un segundo criterio, a partir de la tasa de incremento de temperatura respecto de la variación de ciclos, es decir, $\Delta T / \Delta N$ [2, 3] frente a los niveles de tensión cíclica ensayados. En los casos analizados, las diferencias entre considerar uno u otro criterio al determinar el límite a fatiga axial son inferiores al 1%.

Adicionalmente, la obtención del límite de fatiga axial a partir de ensayos realizados sobre probeta plana de 3 mm de espesor [6], proporcionó un valor que difiere en un 0.15 % respecto al calculado en probeta tubular.

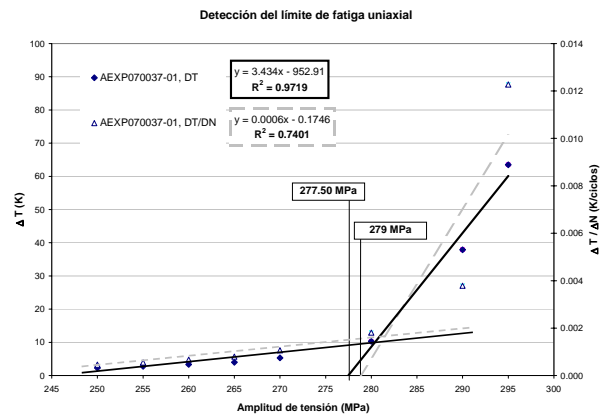


Figura 10. Límite de fatiga axial del acero S355 J2G3, ΔT y $\Delta T / \Delta N$ vs. σ_a , probeta AEXP070037-01.

Para el caso de fatiga torsional, en la figura 11 se muestra los resultados de la probeta según ambos criterios: ΔT vs. σ_a y $\Delta T / \Delta N$ vs. τ_a . En este caso, las diferencias en los valores del límite de fatiga torsional considerando ambos criterios son inferiores al 0.5%.

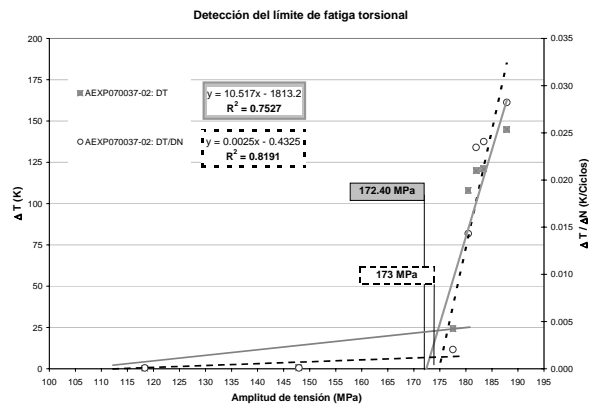


Figura 11. Límite de fatiga torsional del acero S355 J2G3, ΔT y $\Delta T / \Delta N$ vs. τ_a , probeta AEXP070037-02.

En una primera aproximación teórica, se puede determinar el valor del límite de fatiga axial de un material como la mitad del valor de su tensión de rotura σ_t , obtenida de la curva monotónica de un ensayo de tracción. La tabla 4 muestra los valores del límite de fatiga expresado como máxima amplitud de tensión aplicable bajo sollicitación cíclica para cada una de las condiciones analizadas, comparados con los valores obtenidos de la aproximación teórica [4,5]. Los valores del límite de fatiga difieren en menos de un 5% de su aproximación teórica para el caso axial, mientras que en el caso torsional las diferencias son sustancialmente mayores, del orden del 28%.

Tabla 4. Valores del límite de fatiga axial y torsional del acero S355 J2G.

Criterio de detección por termografía	Límite de fatiga axial (MPa)	Límite de fatiga torsional (MPa)
ΔT vs. σ_a	277.50	172.40
$\Delta T/\Delta N$ vs. σ_a	279.00	173.00
Aprox. teórica	268	135

La tabla 5 muestra los datos de un acero S355 J2G3 (BS4360-50D) procedentes de ensayos de fatiga realizados sobre barra maciza [8] cuyo límite de fatiga axial es 255 MPa. El límite de fatiga es inferior al obtenido en este estudio, debido principalmente a la calidad del material y tensión última indicada.

Tabla 5. Parámetros del material S355 J2G3 (BS4360-50D) ensayado a fatiga por Ilzhöfer y cols.

Yield Strength	$R_{p0.2} = 355$ MPa
Ultimate Tensile Strength	$R_m = 510$ MPa
Fatigue Limit	$S_{BW} = 255$ MPa
Young's Modulus	$E = 210$ MPa
Poisson's Ratio	$\nu = 0,3$

5. CONCLUSIONES

En el presente trabajo se ha analizado la aplicabilidad de la termografía por infrarrojos, como un método de detección del daño, sobre probetas tubulares de acero S355 J2G3 sometido a cargas estáticas y cíclicas, axiales y torsionales.

En el caso de cargas cíclicas, esta metodología experimental ha permitido la obtención del límite de fatiga axial con errores inferiores al 5%, utilizando un número muy limitado de probetas en un tiempo corto de ensayo, por lo que se presenta como una técnica alternativa frente a las técnicas tradicionales, basadas en la obtención de curvas de Wöhler.

Parece necesario profundizar en el comportamiento térmico del material sometido a cargas de torsión: tanto estáticas bajo diferentes velocidades de actuación, por su posible influencia, como cíclicas, por las diferencias

significativas obtenidas en la determinación del límite de fatiga, del orden del 28%.

Futuros trabajos se están orientando hacia el análisis de la aplicabilidad de este método en material sometido a cargas biaxiales, axial y torsional.

AGRADECIMIENTOS

Este artículo se enmarca dentro del Programa Estratégico de Materiales que está desarrollado el Área de Investigación, Desarrollo y Servicios Tecnológicos del ITA, y ha sido financiada parcialmente por el MCyT, dentro del proyecto "Estimaciones de vida en fatiga multiaxial con cargas de amplitud variable" (DPI2002-02581).

REFERENCIAS

- [1] Minh Phong Luong. *Fatigue limit evaluation of metals using an infrared thermographic technique*, Mechanics of Materials 28 (1998), 155-163.
- [2] G. La Rosa, A. Risitanno. *Thermographic methodology for rapid determination of the fatigue limit of materials and mechanical components*, International Journal of Fatigue 22 (2000), 65-73.
- [3] Meneghetti, G. *Analysis of the fatigue strength of a stainless steel based on the energy dissipation*, International Journal of Fatigue (2006).
- [4] M. Canales, L.A. Mené, C. Gómez, *Ensayos de fatiga uniaxial en acero S355 J2G3*, 2INFO040032.
- [5] M. Canales, C. Gómez, *Ensayos de fatiga torsional γ -N (deformación-vida) en acero S355 J2G3*, 2340_I059025.
- [6] M. Canales, C. Gómez, *Detección del límite de fatiga en acero S355 J2G3 mediante termografía por infrarrojos: pruebas preliminares*, 2340_I069017.
- [7] Norma ASTM E 2207-02: Standard Practice for Strain-Controlled Axial-Torsional Testing with Thin-Walled Tubular Specimens.
- [8] B. Ilzhöfer, O. Müller, P. Häussler, D. Emmrich & P. Allinger. *Shape Optimization Based on Parameters from Lifetime Prediction*, NAFEMS Seminar: Fatigue Analysis. November 8-9, 2000, Wiesbaden, Germany.
- [9] T. Boulanger, A. Chrysochoos, C. Mabru, A. Galtier. *Calorimetric analysis of dissipative and thermoelastic effects associated with the fatigue behaviour of steels*, International Journal of Fatigue 26 (2004), 221-229.

INFLUENCE OF THE THICKNESS OF THE COMPRESSION HEAD ON THE FRACTURE OF REINFORCED CONCRETE T-BEAMS

Luiz Carlos de Almeida¹ & Gonzalo Ruiz²

¹ Faculdade de Engenharia Civil, Arquitetura e Urbanismo, Universidade Estadual de Campinas
Avenida Albert Einstein, 951
13083-853 Campinas, Brasil
E-mail: almeida@fec.unicamp.br

² E.T.S. de Ingenieros de Caminos, Canales y Puertos, Universidad de Castilla-La Mancha
Avda. Camilo José Cela s/n
13071 Ciudad Real, España
Correo-e: Gonzalo.Ruiz@uclm.es

ABSTRACT

The experimental program reported in this paper was planned to investigate the influence of the thickness of the compression head on the fracture of reinforced concrete T-beams. Particularly, we wanted to corroborate numerical predictions by Ruiz and Carmona (G. Ruiz and J.R. Carmona, *Mater. & Struct.* 39, pp. 343-352, 2006) indicating that such effect is analogous to the effect of the size on the fracture process, i.e. the strength of the beam should vary differently than expected according to traditional mechanics. Besides, in the case of T-beams, the initiation of the crack propagation through the head should also generate a secondary load-peak. To do that we chose scaled T-beams made out of a micro-concrete whose head varied in width from the limit case of the T becoming a rectangle to having a head-thickness equal in length to the beam depth. The micro-concrete mechanical and fracture properties as well as the properties of the steel re-bars and of the interface between the two materials were all obtained from independent tests. The experimental results demonstrate that the cited numerical predictions were correct, since we get a shape-effect curve for the beam strength that resembles variations due to changes in the size. Besides, the beginning of the propagation of the crack through the beam head provokes a secondary load-peak, although it is milder than that predicted numerically.

RESUMEN

El programa experimental que presentamos en este artículo se diseñó para investigar la influencia del espesor de la cabeza de compresión en la fractura de vigas en forma de T de hormigón armado. En particular, queríamos corroborar predicciones numéricas debidas a Ruiz y Carmona (G. Ruiz y J.R. Carmona and D. Cendón, *Mater. & Struct.* 39, pp. 343-352, 2006) que indicaban que dicho efecto es análogo al efecto del tamaño en el proceso de fractura, y así la resistencia de la viga debería variar de modo diferente a lo esperado de acuerdo con la teoría de estructuras tradicional. Además, en el caso de vigas en T la propagación de la fisura del alma a la cabeza debería generar un pico secundario en el registro de la carga. Para ello escogimos vigas en T a escala hechas de un micro-hormigón. El ancho de la cabeza de la viga variaba desde el ancho del alma, en cuyo caso tenemos una sección rectangular como caso límite de una sección en T, hasta un ancho igual al canto de la viga. Las propiedades mecánicas y en fractura del micro-hormigón, las propiedades de las barras de acero y de la intercara entre acero y hormigón se obtuvieron por medio de ensayos independientes. Los resultados experimentales demuestran que las predicciones numéricas citadas eran correctas, ya que la curva que representa el efecto de la forma recuerda las variaciones debidas al efecto del tamaño. Además, el comienzo de la propagación de la grieta a través de la cabeza de la viga en T provoca un pico secundario en la carga, aunque es más suave que el que se predecía numéricamente.

KEYWORDS: Fracture of structural concrete, cohesive models, shape effect, size effect.

1. INTRODUCTION

Various experiments on lightly reinforced beams [1, 2] were based on the idea that minimally reinforced beams are brittle structures susceptible to theoretical analysis by fracture mechanics. These experimental programs showed that brittle collapse of lightly reinforced beams is size dependent, suggesting that the failure is due to fracture processes in concrete. Specifically, Heddal and Kroon [3] considered the bond-slip properties of the

reinforcement and around that they substantially influence the response of the beam. Ruiz et al. [4] made a set of tests that disclosed the influence of several parameters— size, steel ratio, steel yield strength and bond-slip— on the fracture behavior. In addition, they made a complete material characterization by direct testing that made objective numerical modeling possible [5, 6]. However there were still some points to study. On the one hand, most of the works approaching collapse of brittle beams by fracture mechanics have been done on

rectangular beams. Only Ozcebe et al. [7] used a technological approach to study the failure of T beams and Ruiz and Carmona [6] used rectangular beams and one type of T-beams to study the influence of the shape of the crack propagation. On the other hand, Ruiz et al. [8] showed theoretically the existence of a secondary peak in the load record due to the beginning of the propagation of the crack though the head of the beam. With the help of a numerical model they also showed that the crack zone develops as if a T-beam was a larger rectangular beam, which manifests itself in a sort of shape effect. This shape effect is analogous to the effect of the size of the beam, since the load peak increases less than predicted by standard theory of structures as we thicken the head of the beam. Such phenomena had not been observed experimentally and this is why we felt the need of planning and performing an experimental program covering such topics. To do that we chose scaled T-beams made out of a micro-concrete whose head varied in width from the limit case of the T becoming a rectangle to having a head-thickness equal in length to the beam depth. All the beams were made out of the same materials —micro-concrete and steel bars— whose properties remained constant throughout the program. All of the beams had the same number of re-bars arranged in the same way.

The article is structured as follows. A brief overview of the experimental program is given in Section 2. The materials and specimens are described in Section 3. Section 4 summarizes the experimental procedures. The experimental results are presented in Section 5. Finally, in Section 6 some conclusions are extracted.

2. OVERVIEW OF THE EXPERIMENTAL PROGRAM

The experimental program was intended to study the influence of the shape of the cross-section on the evolution of the fracture process of reinforced beams as they are loaded. We chose scaled T-beams made out of a micro-concrete whose head varied in width from the limit case of the T becoming a rectangle to having a head-thickness equal in length to the beam depth. In addition, the program had to provide material characterization to allow a complete interpretation of the test results that could be useful for future investigations. Finally, the behavior of the laboratory beams should be representative of the behavior of the beams of ordinary size made of ordinary concrete.

Regarding the scale of the specimens, Hillerborg's brittleness number was used as comparison parameter. As a first approximation, two geometrically similar structures will display a similar fracture behavior if their brittleness numbers are equal [3, 6]. β_H is defined as:

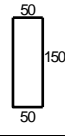
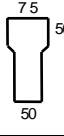

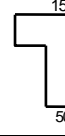
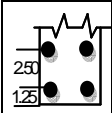
$$\beta_H = \frac{D}{l_{ch}}, \quad \text{where} \quad l_{ch} = \frac{E_c G_F}{f_t^2} \quad (1)$$

where D is the depth of the beam and l_{ch} is the Hillerborg's characteristic length; E_c is the elastic modulus, G_F the fracture energy and f_t the tensile strength. According to this, a relatively brittle micro-concrete was selected with a characteristic length of approximately

77 mm. Since the characteristic length of ordinary concrete is 300 mm on average, laboratory beams 150-mm in depth are expected to simulate the behavior of ordinary concrete beams 450 mm in depth, which is considered reasonable size for the study.

Table 1 sketches the dimensions of the rectangular and T beams chosen, the arrangements of the reinforced bars and names of the specimens for this experimental program.

Table 1 – Rectangular and T cross-section dimensions.

Rebar				
	R4-1	TP4-1	TM4-1	TG4-1
	R4-2	TP4-2	TM4-2	TG4-2

Standard characterization and control tests were performed to determine the compressive strength, the tensile strength, the elastic modulus and the fracture energy of the micro-concrete. Likewise the mechanical parameters of the re-bars and the properties of the steel-to-concrete interface were also determined in Laboratory tests.

3. MATERIALS AND SPECIMENS

3.1. Micro-concrete

A single micro-concrete was used throughout the experimentation, made with a lime stone aggregate of 5 mm maximum size that follows the corresponding Fuller curve, and Portland cement 52.5 (ASTM type 1). The mix proportions by weight were 3.0:0.46:1 (aggregate:water:cement). The Abrams cone slump was measured immediately before casting, the average value being 6.5 cm. All the specimens were cast in steel molds, vibrated by a vibrating table, wrap-cured for 24 hours, desmolded, and stored for 5 weeks, until they were tested, in a moist chamber at 20 °C and 98% relative humidity. Table 2 shows the characteristics mechanical parameters of the micro-concrete determined in various characterization and control tests.

Table 2 – Micro-concrete characteristics.

f_c MPa	f_t MPa	E_c GPa	G_F N/m	l_{ch} mm	β_H
52.6	4.6	25.5	64.6	77	1.9

3.2. Steel and Pull-out tests

For the beam dimensions selected, and the desired steel ratios, the diameter of the steel bars had to be smaller than that of standard rebar, so commercial wires with a nominal diameter of 3.0 mm were used to achieve the desired reinforced configuration for different specimens.

Figure 1 shows the stress-strain curve corresponding to the wires used to reinforce the beams. The elastic mod-

ulus is 205 GPa, the standard yield strength for a strain of 0.2% is 765 MPa, and the ultimate strain is 0.6%.

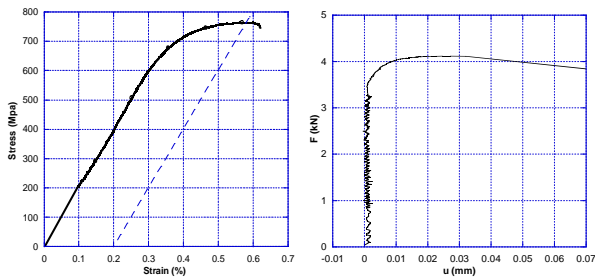


Fig. 1 Stress-strain curve and pull-out test results for wires.

Pull-out specimens consisting of prisms $50 \times 50 \times 75$ mm with a wire embedded along their longitudinal axis. Figure 1 shows the load-slip curve for a typical pull-out test. The resulting mean bond strength was 6.2 MPa.

3.3. Characterization and control specimens

Cylindrical specimens whose dimensions were 150 mm in length and 75 mm in diameter were cast to determine standard mechanical properties. We made 8 specimens, 4 for compression tests and 4 for splitting tests.

Notched plain concrete beams were used to characterize concrete fracture properties. All the beams were 50 mm thick, 75 mm deep and 337.5 mm long. The notch was sawn at the central cross-section to depth of half the total beam depth. We made 4 specimens of this type.

3.4. Reinforced micro-concrete beams

Figure 2 and Table 1 summarize the geometrical characteristics of the reinforced concrete beams. The specimens were cast in metallic molds, with the reinforced wires protruding at the end through holes in the mold walls. The micro-concrete was compacted on a vibrating table.

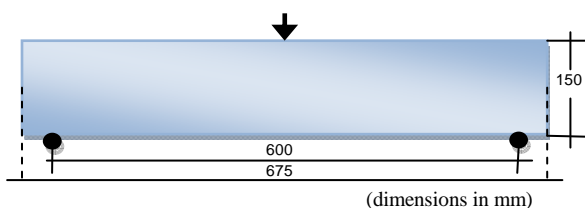


Fig. 2 Beam dimensions and loading conditions.

4. EXPERIMENTAL PROCEDURES

4.1. Characterization and control tests

Compression tests were carried out on 4 cylindrical specimens according to ASTM C39 and C469 except for a reduction in size. The strain was measured over a 50 mm gage length by means of two inductive extensometer placed symmetrically. The tests were run under displacement control, at rate of 0.3 mm/min.

Brazilian test were also carried out on 4 cylindrical specimens following the procedures recommended by ASTM C-469. The velocity of displacement of the machine actuator was 0.3 mm/min.

Stable three-point bend tests on notched beams were carried out to obtain the fracture properties of concrete following the procedures devised by Elices, Guinea and Planas [9]. The span was 300 mm. The tests were performed in position control with three linear ramps at different displacement rates: 5 $\mu\text{m}/\text{min}$ during the first 18 min, 25 $\mu\text{m}/\text{min}$ during the following 20 min and 50 $\mu\text{m}/\text{min}$ until the end of test. Figure 3 shows some typical load-displacement curves.

4.2. Reinforced beam tests

The reinforced beams were tested in three-point bending. The first loading ramp was executed in load control until reaching 5 kN in 5 minutes. This loading ramp was fully within the linear response of the beam. According to [6] this type of specimens might show snap-back after the peak-load. So, in order to record that portion of the load-displacement ($P-\delta$) curve, we moved to strain control until the displacement increments were positive again. We were using a clip extensometer attached to the lowermost surface of the beam right below the loading point. The span covered by the clip was 90 mm, and the opening rate was 2 $\mu\text{m}/\text{min}$. The control was successful in almost all of the beams tested. Regrettably, in two of them, namely the beams labeled as R41 and T41, the nucleation of shear cracks out of the zone covered by the clip gage made the machine to lose the control of the tests, which provoked the immediate collapse of the beams. The third, fourth and fifth ramps were performed in position control at 25 $\mu\text{m}/\text{min}$ during 30 min, 125 $\mu\text{m}/\text{min}$ during 10 min and 625 $\mu\text{m}/\text{min}$ until the end of the test respectively. Figure 4 shows some typical load-displacement curves.

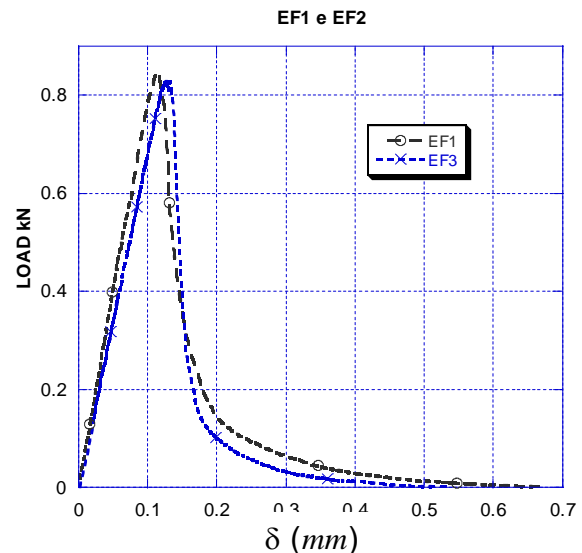


Fig. 3 Curves of load versus load point displacements

5. RESULTS AND DISCUSSION

The main results of the characterization tests are given in Table 2. The Figure 3 shows that the curves of load versus load-point displacement of the stable three-point tests on notched beams area very similar to each other,

which demonstrates the high level of control achieved during the tests.

The experimental $P-\delta$ curves for the reinforced beams are shown in Figure 4a. As it is well known, the boundary conditions at the point where the actuator applies the load may generate small variations in the global flexibility of the beam. Consequently, in order to facilitate the comparison between similar beams, the initial slope of the curves is corrected to its theoretical value stemming from Strength of Materials.

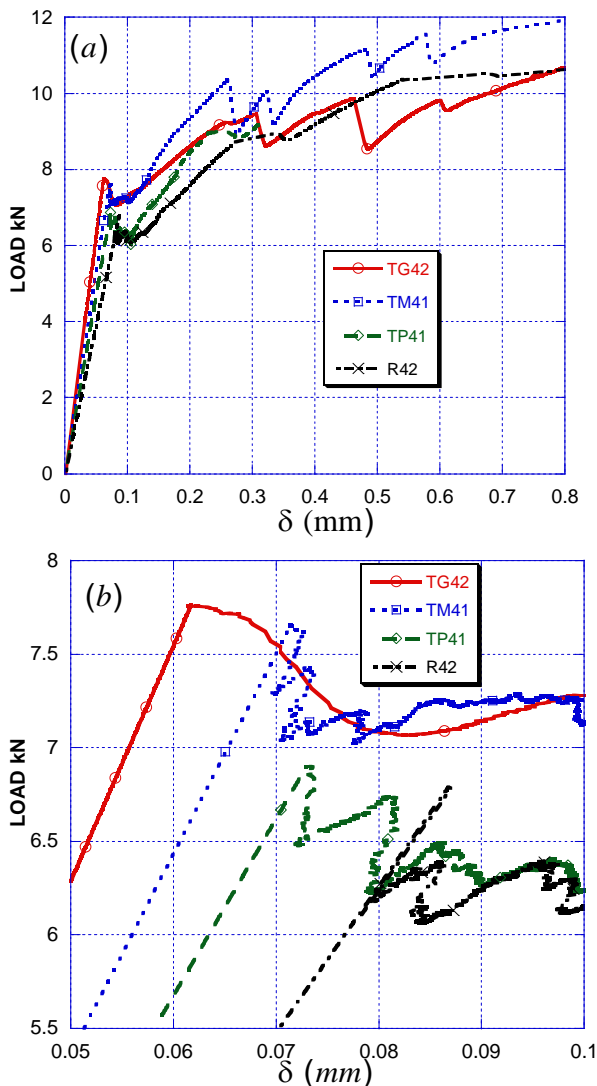


Fig. 4 Load versus load point displacements curves of the beams TG42, TM41, TP41 and R42; and detail of the first load peaks.

Figure 4b shows that after the peak the displacement snaps back while the beam loses resistance, except for the beam TG42. The load transfer between the concrete and the reinforcement enables the beam to recover and generates a U-shaped stretch in the $P-\delta$ curve. Fig. 5 shows a zoom of that stretch for the beam TM41. It catches some peaks that correspond to the crack passing through the two layers of reinforcing bars. Right after then, the beam stiffens and the load goes up again. In that ramp-up it is possible to identify a mild hump in the curve that corresponds to the beginning of the propaga-

tion through the head of the beam (Fig. 4a). Soon after that the generation of shear cracks produces a saw-like stretch in the $P-\delta$ curve. Each drop in that stretch corresponds to the initiation and sudden growth of a shear crack, which is evidenced by a snap-back in the CMOD record. As the beams are sufficiently reinforced, the ultimate load is higher than the first peak that corresponds to the cracking load.

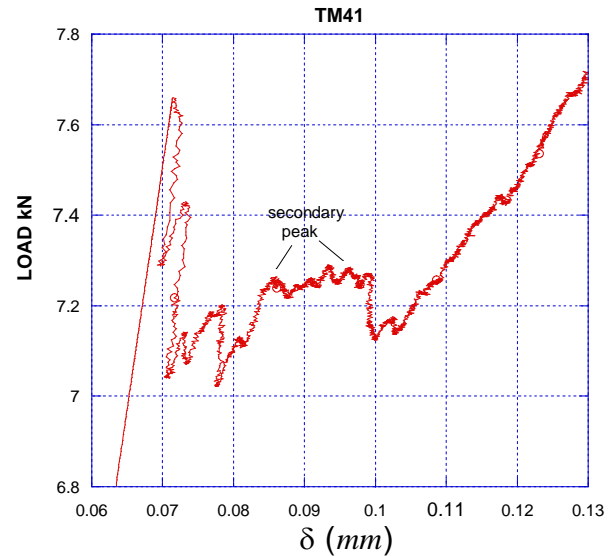


Fig. 5 Detail of the secondary peaks in the load displacement curves of the beam TM41.

Some additional insights on the role of the shape of the cross-section on the strength of the T-beams can be inferred from Fig. 6. The x-axis correspond to the ratio D_{eq}/l_{ch} , where D_{eq} is the equivalent depth of a T-section, which we define as the depth of the rectangular beam that would withstand the same maximum load according to Strength of Materials and making the hypothesis that concrete does not resist tension; l_{ch} is the characteristic length defined in Eq. (1). The y-axis correspond to the ratio P_{max}/P_{nt} , where P_{max} is the maximum load withstood by the T-beams; P_{nt} is the maximum load for the same T-beam obtained according to Strength of Materials plus the no-tension hypothesis.

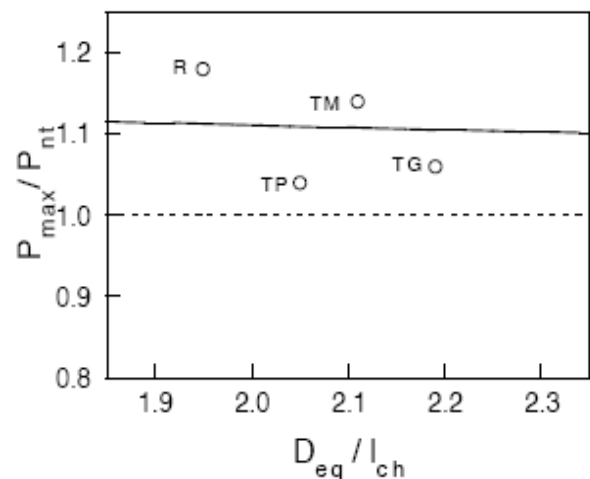


Fig. 6 Effect of the head-thickness.

The points represent the experimental values for P_{\max}/P_{nt} , whereas the solid curve are the numerical loads obtained with the model in [8]. The curve in Fig. 6 reflects the variation of the maximum load (expressed by the non-dimensional ratio P_{\max}/P_{nt}) withstood the T-beams as the width of the head increases (the thickening of the head is represented by the non-dimensional equivalent depth D_{eq}/l_{ch}). The effect of the shape of the cross-section is clear and very similar to what we obtain when it is the size that increases: the ratio P_{\max}/P_{nt} diminishes as the head thickens and tends to be 1 in the limit case of a T-beam whose head width is infinite. The experimental values manifest that there is a slight decrease in the non-dimensional load and validate the existence of the shape effect, i.e. the load peak increase for the T-beams as the head thickens is lower than expected according to traditional mechanics.

6. CONCLUSIONS

This paper presents recent experimental results in T-beams made out of a micro-concrete whose head varied in width from the limit case of the T becoming a rectangle to having a head-thickness equal in length to the beam depth. All the beams were made out of the same materials —micro-concrete and steel bars— whose properties remained constant throughout the program. All of the beams had the same number of re-bars arranged in the same way. The tests were performed so that that fracture process was stable by controlling the strain in the lowermost surface of the beam. The following conclusions can be draw from the study:

- The load-displacement curve shows that there is some hyper-strength attributable to the propagation of the crack through the head of the beam.
- The load-peak increase for the T-beams as the head thickens is lower than expected according to traditional mechanics, and thus this experimental program validates the existence of a *shape effect*.

ACKNOWLEDGMENTS

The authors gratefully acknowledge mobility grants provided by CAPES-Brazil and MEC-Spain and funding from MEC through grant MAT2006-09105.

REFERENCES

- [1] Bosco C., Carpinteri A., Debernardi P.G., Fracture of reinforced concrete: Scale effect and snap-back instability, *Engineering Fracture Mechanics* 35(4-5): 228-236, 1990.
- [2] Carpinteri A., Ed., Minimum Reinforcement in Concrete Members (Number 24 in ESIS Publications. Elsevier, London), 1999.
- [3] Ruiz G., Elices M., Planas J., Experimental study of fracture of lightly reinforced concrete beams, *Materials and Structures* 31 683-691, 1998.
- [4] Ruiz G., Influencia del tamaño y de la adherencia en la armadura mínima de vigas en flexión, (GHEO-IECA, Madrid), 1998.
- [5] Ruiz G., Propagation of a cohesive crack crossing a reinforcement layer, *International Journal of Fracture* 111: 265-282, 2001.
- [6] Ruiz G., Carmona R. J., Experimental study on the influence of the shape of the cross-section and the rebar arrangement on the fracture of LRC beams, *Materials and Structures* 39:343-352, 2006.
- [7] Ozebe G., Ersoy U., Takut T., Minimum flexural reinforcement for T-beams made of high strength, *Canadian Journal of Civil Engineering* 25(5), 1999.
- [8] Ruiz G., Carmona JR., Cendón D.A., Propagation of a cohesive crack through adherent reinforcement layers, *Computer Methods in Applied Mechanics and Engineering* 195 – 7237 – 7248, 2006.
- [9] Elices M., Guinea G. V., Planas J., Measurement of the fracture energy using three-point bend tests. 1 Influence of experimental procedures, *Materials and Structures* 25, 121-218, 1992.

HACIA EL CÁLCULO DE INCERTIDUMBRES DE MEDIDA EN FOTOELASTICIMETRÍA

M. Solaguren-Beascoa¹, M. Preciado¹, J. M. Alegre¹, P. M. Bravo¹

¹Grupo de Integridad Estructural. Escuela Politécnica Superior. C/Villadiego s/n, 09001, Burgos
msolaguren@ubu.es; mpreciado@ubu.es; jalegre@ubu.es; pmbravo@ubu.es

RESUMEN

Es práctica habitual a la hora de utilizar la fotoelasticimetría, y en general cualquier técnica óptica de medida de deformaciones, no incluir nunca las incertidumbres de las medidas realizadas. Esta falta de rigor tiene su causa en la ausencia de normas y materiales de referencia para la calibración de los sistemas ópticos de medida. Se está trabajando internacionalmente al respecto y en breve plazo verán la luz un conjunto de normas ISO que garantizarán la trazabilidad y posibilitarán el cálculo de las incertidumbres de medida. Por otra parte, recientemente ha sido modificada la muy utilizada guía ISO GUM 98:1995 para el cálculo de incertidumbres, pues presentaba ciertas limitaciones, las cuales afectan particularmente al caso de la fotoelasticimetría. Este artículo aborda todos estos aspectos con vistas a que las medidas obtenidas mediante fotoelasticimetría puedan expresarse con su incertidumbre, cumpliendo con los requerimientos metroológicos a nivel científico, industrial y legal.

ABSTRACT

Is a common practice in photoelasticity, and in many other optical strain measurement techniques, not to include the uncertainties of the measurements realized. The reason is the absence of standards and reference materials to calibrate the optical measuring systems. As a result of the international work being done on the matter, soon will be published a set of ISO standards that will ensure traceability and will allow the measurements uncertainty calculation. On the other hand, the widely used ISO Guide GUM 98: 1995 for uncertainty expression, has been recently amended since it had some limitations that particularly affected photoelasticity. The purpose of this article is to analyze all these aspects in order to express the measures obtained through photoelasticity with their uncertainty, so they comply with the requirements of scientific, industrial and legal metrology.

PALABRAS CLAVE: Fotoelasticimetría, incertidumbre, medida, deformaciones, tensiones.

1. INTRODUCCIÓN

Las actividades metroológicas son fundamentales para garantizar la calidad de las actividades científicas e industriales. Los resultados de las mediciones en ellas realizadas deben ser válidos, comparables y reproducibles; y su incertidumbre es la medida cuantitativa que expresa la calidad de dichos resultados. De acuerdo con la norma ISO/IEC 17025:1999 [1], todo laboratorio de calibración o ensayos, para poder acreditar su competencia técnica, debe tener y aplicar procedimientos para estimar la incertidumbre de medida. Sin embargo, es práctica habitual a la hora de utilizar las técnicas ópticas de medida de deformaciones, ya sea en proyectos de investigación o en aplicaciones industriales, no incluir nunca las incertidumbres de medida. La causa de esta falta de rigor hay que buscarla en un aspecto metroológico básico: la trazabilidad.

Más importante que el propio resultado de una medición es la necesidad de contar con trazabilidad en la medida. El cálculo de la incertidumbre de medida es inútil si ésta carece de trazabilidad, y esto es lo que ha sucedido durante décadas con las técnicas ópticas de medida de deformaciones. La trazabilidad es una propiedad del

resultado de una medición por la que ésta puede relacionarse con un patrón de referencia nacional o internacional a través de una cadena ininterrumpida de comparaciones, todas con sus correspondientes incertidumbres; sin embargo hasta ahora no se habían definido unas normas estandarizadas ni materiales de referencia para la calibración de los sistemas ópticos de medida de deformaciones, ni rutas de trazabilidad hacia un patrón primario.

En 1982, tras la cumbre económica celebrada en Versalles por los jefes de estado del G7 y los representantes de la Comunidad Europea, se concibió el proyecto VAMAS (Versalles Agreement on Materials and Standards). El objetivo principal de VAMAS es apoyar el comercio de la alta tecnología a través de proyectos de cooperación para el desarrollo de normativa y estándares relacionados con la innovación en materiales. Una de las áreas técnicas de trabajo del VAMAS, formada en 1999, es la TWA26 (Technical Working Area nº26) dedicada a los métodos ópticos de medida de deformaciones. En 2007, elaborado por el consorcio europeo SPOTS (Standardisation Project for Optical Techniques of Strain measurement) y revisado por los miembros de la TWA26, concluyó el desarrollo

de un borrador de normativa cuyos principales objetivos fueron el desarrollo de metodologías estandarizadas, materiales de referencia y la identificación de rutas para el aseguramiento de la trazabilidad en las técnicas ópticas de medida de deformaciones. Tras la aprobación por parte del comité ejecutivo del VAMAS, el borrador será remitido a ISO (Internacional Organization for Standardization) para su posible publicación como norma ISO/TTA¹.

Superado este importante obstáculo, la trazabilidad de las medidas podrá asegurarse a través de sus dos pilares básicos: la calibración de los instrumentos de medida y el reconocimiento de la competencia metrológica en cada nivel de la cadena de trazabilidad. Las medidas realizadas con éstas técnicas tendrán la aceptación de las autoridades de certificación, lo cual supondrá un importante empuje a la utilización y perfeccionamiento de éstas técnicas, ya de por sí en rápido desarrollo.

2. LA FUTURA NORMATIVA SOBRE LAS TÉCNICAS ÓPTICAS DE MEDIDA DE DEFORMACIONES.

El documento elaborado por SPOTS y revisado internacionalmente por los miembros del VAMAS TWA26 tiene por título “Calibración y evaluación de las técnicas ópticas de medidas de deformaciones” [2] y se divide en tres partes:

- La primera parte, “Materiales de referencia para los métodos ópticos de medida de deformaciones”, describe los materiales y procedimientos a utilizar para la calibración de los instrumentos ópticos empleados para medir deformaciones. La calibración implica la comparación de las medidas realizadas con los instrumentos con respecto a un patrón local, lo que constituye el primer eslabón de la cadena de trazabilidad hacia un patrón primario [3]. Para ello ha de utilizarse un campo de deformaciones relativamente simple, empleándose el caso bidimensional de una viga apoyada en cuatro puntos sometida a flexión. El material de referencia consiste en una pieza monolítica, que puede ser fabricada con cualquier material homogéneo e isotrópico, sometida a una carga estática de tracción o compresión. El patrón primario en la cadena de trazabilidad es la unidad de longitud, lo que implica que el desplazamiento aplicado deba ser medido mediante un instrumento calibrado. Realizando medidas con el instrumental óptico y comparándolas con los valores teóricos es posible ajustar el instrumental y calcular su incertidumbre de calibración.

- La segunda parte, “Materiales de prueba estandarizados para los métodos ópticos de medida de deformaciones”, describe los materiales y procedimientos a utilizar para evaluar y comparar la aptitud de cada una de las diferentes técnicas; lo cual es

de importancia para los diseñadores de los sistemas y sus algoritmos, para los fabricantes respecto a su calidad, para los compradores a la hora de comparar las posibilidades de cada técnica y para los usuarios finales en la puesta a punto y mantenimiento de la instrumentación. La evaluación requiere analizar un campo de deformaciones que sea complejo, para lo cual se emplean dos materiales bidimensionales de referencia que materializan dos situaciones representativas: el contacto entre una superficie plana y un disco sometido a compresión diametral, y la interferencia entre un anillo y un cilindro aprisionado en su interior. El primero posee bordes físicos, concentración de tensiones, cambios de dirección y de signo, sin embargo carece de discontinuidades; por ello se usa también el segundo, que sí las posee. El análisis de estas situaciones permite verificar el proceso de medida en cada una de las etapas del procesamiento de los datos.

- La tercera parte constituye una serie de guías de buenas prácticas de uso de cada una de las técnicas: moteado speckle, correlación digital de imágenes, moiré, fotoelasticidad y termoelasticidad. Estas guías recopilan información procedente sobre todo de los fabricantes de equipos y describen las técnicas con el suficiente detalle para permitir planificar y ejecutar medidas así como interpretar los resultados.

Una vez que la normativa sobre las técnicas ópticas de medida de deformaciones entre en vigor y los laboratorios de calibración estén en condiciones de aplicarla, quedará asegurada la trazabilidad de las medidas realizadas con dichas técnicas. La trazabilidad posibilita dar el último paso para culminar el proceso de conciliación de estas técnicas con los requerimientos metrológicos a nivel científico, industrial y legal: el cálculo de la incertidumbre asociada a las medidas con ellas realizadas.

3. METODOLOGÍAS PARA EL CÁLCULO DE INCERTIDUMBRES DE MEDIDA.

Para la determinación de la incertidumbre de medida es ampliamente utilizada y aceptada por los organismos metrológicos de acreditación la guía ISO 98:1995, conocida corrientemente como GUM [4]. En 1997, la Oficina Internacional de Pesas y Medidas (B.I.M.P.) creó el Comité Conjunto para Guías en Metrología (J.C.G.M.) con la misión de revisar la GUM para mejorar su facilidad de uso y ampliar su rango de aplicación, ya que presentaba ciertas limitaciones. Se han desarrollado diversos suplementos a la GUM que irán entrando progresivamente en vigor². En estos suplementos se describe un procedimiento alternativo para el cálculo de incertidumbres: el método de Monte Carlo (MCM). Este método se presenta como una alternativa práctica al método descrito en la estructura de la GUM (denominado GUF, Guide to the expression of Uncertainty in measurement Framework) en los casos

¹ El tipo de norma ISO/TTA (Technology Trends Assessment) hace referencia a normativa publicada para dar respuesta a una necesidad de colaboración global en materia de normalización en innovación tecnológica.

² Actualmente está siendo revisado el primero de los suplementos [5].

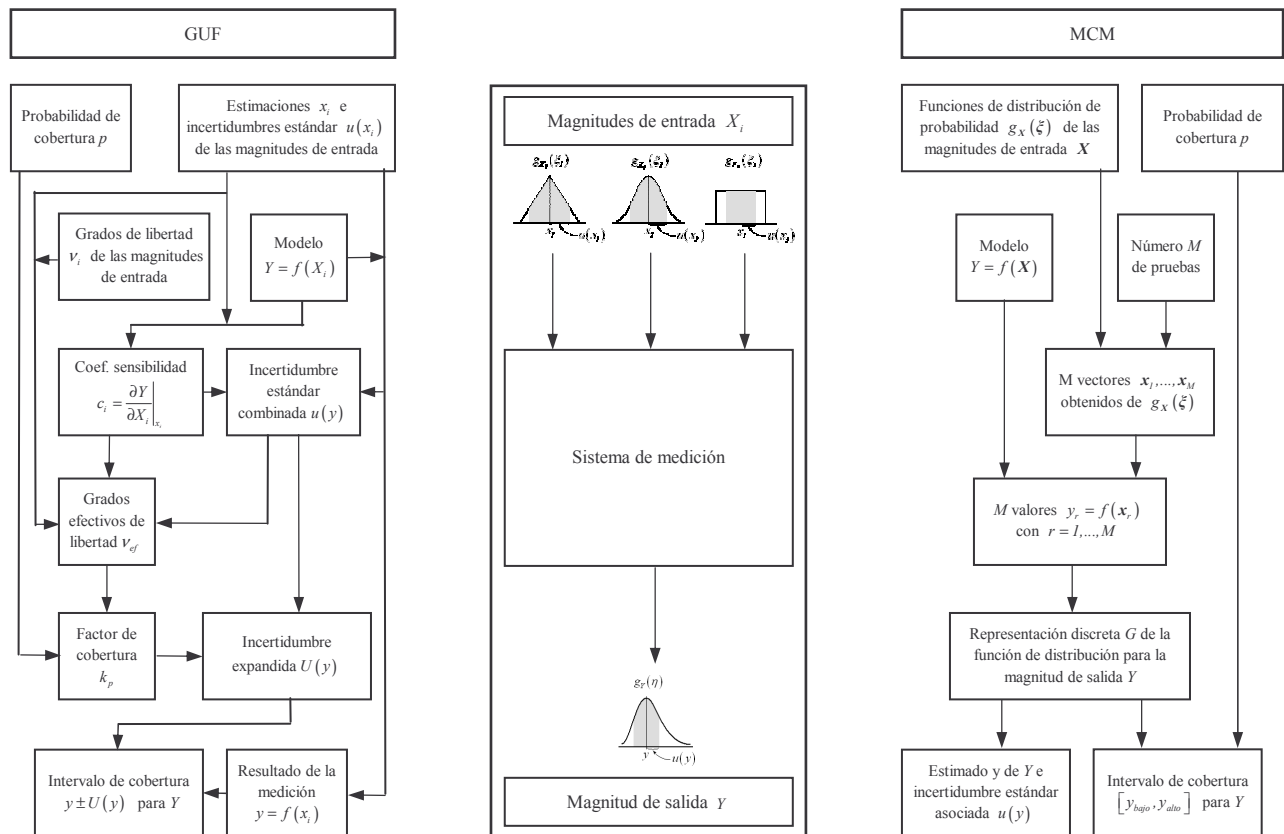


Figura 1. Descripción esquemática de los métodos de cálculo de incertidumbres de medida GUF y MCM.

en los que éste último no es aplicable o no es clara su validez. La diferencia fundamental entre ambos métodos (Figura 1) radica en que el GUF es un método determinista basado en la combinación matemática de distribuciones de probabilidad (a través de la ley de propagación de incertidumbres y del teorema central del límite), mientras que el MCM es un método probabilístico que realiza la combinación de distribuciones de probabilidad por simulación numérica (mediante sistemas de cómputo para la generación de números aleatorios).

Con su publicación como norma ISO, el método GUF supuso un importante hito que unificó métodos, siendo aceptado con entusiasmo por la comunidad metroológica internacional. El GUF está basado en la ley de propagación de incertidumbres y en la caracterización de las magnitudes medidas mediante una distribución bien normal (gausiana) o bien t de student, las cuales permiten acotar la incertidumbre de medida mediante un intervalo de confianza. Desafortunadamente, el GUF sólo puede ser aplicado si se cumplen dos condiciones: la primera, que exista una dependencia lineal entre el mensurando y los argumentos del proceso de medición; y la segunda, que se pueda justificar la aplicación del teorema central del límite. Para poder aplicar el método, en ocasiones el modelo matemático se linealiza a partir de los términos de primer o segundo orden de su desarrollo en serie de Taylor; no obstante, el no cumplimiento de alguna de las dos condiciones mencionadas pueden conducir a una inadecuada

representación y, por consiguiente, a intervalos de confianza para la incertidumbre poco fiables [6].

El método MCM es una alternativa al GUF. El MCM lleva a cabo la propagación de incertidumbres a partir de un muestreo aleatorio de las funciones de distribución de probabilidad. Esta simulación numérica suele requerir alrededor de 10^6 repeticiones, debiendo ser implementada en un ordenador. Puede ser aplicado en todas aquellas situaciones en las que las condiciones de aplicación del GUF no se cumplen o no están claras. Asimismo puede utilizarse en circunstancias donde es difícil aplicar el GUF, debido a la complejidad del modelo matemático, por ejemplo. Un aspecto importante a tener en cuenta es que el MCM puede ser usado en casos de duda como sistema de validación, para comprobar si el GUF es aplicable o no.

4. APLICACIÓN A LA FOTOELASTICIMETRÍA

En fotoelasticimetría la luz que atraviesa un material fotoelástico sometido a deformación se observa con la ayuda de un polariscopio. Para analizar las deformaciones sufridas por una pieza, bien se construye una réplica de ésta con material fotoelástico (fotoelasticimetría de transmisión) o bien se pega sobre su superficie, con un adhesivo reflectante, un recubrimiento fotoelástico (fotoelasticimetría de reflexión). El análisis de las imágenes obtenidas nos proporciona, en cada punto de la pieza, dos parámetros:

- El ángulo α de orientación de las direcciones

principales en tensiones y deformaciones.

- El orden de franja N , que no es más que el desfase introducido por el material fotoelástico entre los dos haces de luz que lo atraviesan, expresado en múltiplos de su longitud de onda.

La medida tanto de α como de N se puede realizar manualmente, punto a punto; sin embargo es un método lento y poco práctico si lo que se desea es conocer el campo completo de tensiones y deformaciones. Por ello, desde hace décadas los esfuerzos de muchos investigadores han ido encaminados al desarrollo de técnicas de automatización del proceso de medida. Según han ido evolucionando los sistemas de adquisición y tratamiento de imágenes, así han ido surgiendo nuevas técnicas; existiendo en la actualidad una gran variedad de ellas (Tabla 1). Dentro de cada una existen variantes que prometen mayor precisión y facilidad de aplicación. El advenimiento de la normativa sobre las técnicas ópticas de medida de deformaciones posibilitará tanto la calibración de cada una de las técnicas como la comparación de sus características.

<i>Manuales</i>	<i>Año</i>
Senarmont & Tardy's compensation	1930s
Babinet compensation	1930s
Fringe sharpening	1955
<i>Manuales asistidas</i>	<i>Año</i>
Fringe skeletonization	1950
Fringe multiplication	1970
Half fringe photoelasticity	1983
<i>Automatizadas</i>	<i>Año</i>
Spectral content analysis	1985
Phase shifting	1986
Fourier transform	1993
RGB photoelasticity	1995

Tabla 1. Principales técnicas fotoelasticimétricas [7].

Todas estas técnicas proporcionan únicamente el orden de franja N , y éste es proporcional a la diferencia de deformaciones principales en cada punto. Para conocer los valores individuales de las deformaciones principales se necesita una ecuación más, aparte de su diferencia. Existen diversas técnicas de separación de deformaciones, las cuales pueden apoyarse o no en otros fenómenos distintos al fotoelástico (Tabla 2). La necesidad de aplicar éstas técnicas hace que el proceso de medición sea muy indirecto, esto es, que intervengan muchas magnitudes en él. Además, las representaciones matemáticas de estos procesos de medición son no lineales, lo que hace que la aplicabilidad del GUF para el cálculo de incertidumbres en fotoelasticimetría sea, a priori, poco clara. Por ello al utilizar todos estos procesos deberá utilizarse para calcular las incertidumbres de medida el MCM, con el que además puede verificarse si es también aplicable el GUF.

<i>Sin apoyo</i>	Incidencia oblicua
	Integración de ecuaciones de equilibrio
	Integración de ecuaciones de compatibilidad
	Corte del recubrimiento
	Método del agujero
	Utilización de un recubrimiento a tiras
<i>Con apoyo</i>	Utilización de un extensómetro lateral
	Combinación con técnicas interferométricas
	Combinación con analogía eléctrica
	Combinación con termoelasticidad
	Utilización de una galga extensométrica

Tabla 2. Principales técnicas de separación de deformaciones.

5. ANÁLISIS EXPERIMENTAL

Los equipos de fotoelasticimetría comercialmente disponibles son manuales, pudiéndose emplear tanto para tomar medidas punto a punto como para la captación de imágenes a partir de las cuales aplicar una técnica automatizada. Éstas últimas técnicas son complejas, requiriendo de software específico y de grandes conocimientos por parte del operario. Por ello, en la industria, la fotoelasticimetría se emplea generalmente en análisis cualitativos sobre prototipos; simplemente como herramienta con la que tener una visión general del estado de deformaciones de un elemento, para así comprobar la ausencia de deformaciones residuales o poder centrarse en las zonas críticas de la pieza donde aplicar otro método de medida, habitualmente una galga extensométrica. Quizá la situación más frecuente en la que la fotoelasticimetría es empleada cuantitativamente sea la medida de tensiones en los bordes de una pieza, ya que no se hace preciso aplicar ninguna técnica de separación de deformaciones. Analicemos la aplicabilidad de los métodos de cálculo de incertidumbres en dicho caso.

Para realizar las medidas se ha empleado un polariscopio de reflexión comercial Vishay LF/Z-2, que dispone de un compensador de Babinet para la medida precisa del orden de franja. La pieza es de aluminio y sus propiedades mecánicas se han determinado mediante los correspondientes ensayos [8,9]. Sobre ella se ha pegado un recubrimiento fotoelástico Vishay PS-1[10], cuyo coeficiente óptico de deformaciones se ha obtenido mediante calibración [11]. En un punto del borde de una pieza las direcciones de las tensiones principales son tangente y normal a dicho borde. La tensión normal es nula, mientras que la tangente puede calcularse a partir del valor del orden de franja observado (Figura 2) mediante la expresión:

$$\sigma = \frac{E_p}{1 + \nu_p} \frac{F_\epsilon \cdot C \cdot N}{2t_f} \quad (1)$$

Donde E_p y ν_p son el módulo de elasticidad y el coeficiente de Poisson, respectivamente, del material de la pieza; F_ϵ es el coeficiente óptico de deformaciones del material fotoelástico; t_f su espesor; N el orden de

franja en el punto a analizar; y C un coeficiente corrector que tiene en cuenta la influencia en el valor de N del estado de deformación de la pieza [12], en este caso flexionada.

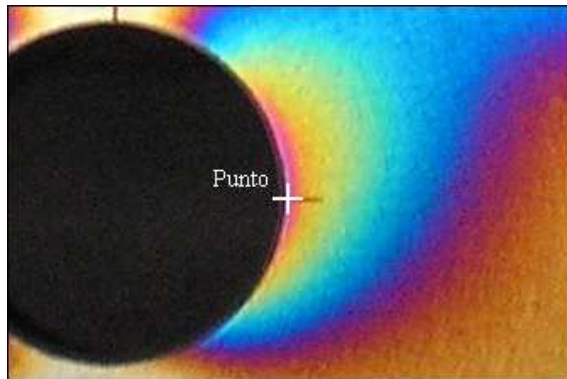


Figura 2. Franjas isocromas, a partir de las cuales se determina el orden de franja N en el punto a analizar.

El sistema de medida del orden de franja ha sido calibrado de acuerdo con la normativa descrita, y la medida del espesor del recubrimiento realizada con un micrómetro calibrado. Dado que en la fotoelasticimetría de reflexión la luz incide sobre el recubrimiento con una ligera oblicuidad, el espesor atravesado es ligeramente mayor que el medido, debiendo éste corregirse.

La tabla 3 muestra el proceso de aplicación del método GUF para el cálculo de la medida junto con su incertidumbre. La aplicación del MCM se ha llevado a cabo de forma adaptable [5] (con un número creciente de iteraciones hasta la estabilización de los resultados, en este caso $6.1 \cdot 10^5$) mediante el programa informático MATLAB. En la figura 3 se muestra el histograma

resultante, comparado con la función de densidad de probabilidad obtenida mediante el GUF.

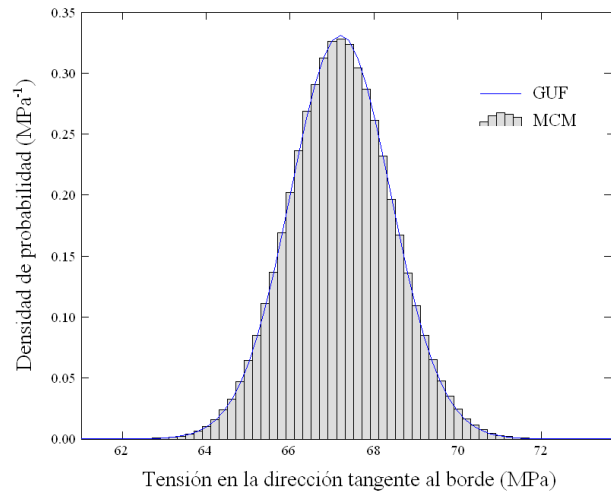


Figura 3. Aproximación de la función de densidad de probabilidad de la magnitud de salida σ obtenida mediante los métodos GUF y MCM.

Los resultados obtenidos por ambos métodos se resumen en la tabla 4, en donde se comprueba la no aplicabilidad del método GUF en este caso. Las razones hay que buscarlas fundamentalmente en la no linealidad del modelo matemático. La inclusión de términos de segundo orden de la serie de Taylor en la linealización realizada mediante el GUF podría producir resultados aceptables, si bien su aplicación es más compleja [13]. Así pues, la utilización del MCM resulta más fiable, sobre todo teniendo en cuenta que a la no linealidad se le puede sumar el efecto de distribuciones no gaussianas resultantes de datos procedentes de estimaciones o referencias.

X_i	x_i	Fuente	Tipo	$u(x_i)$	c_i	$u_i(y)$	v_i
E_p (MPa)	73240	ensayo	t-student	$9.2 \cdot 10^2$	$9.18 \cdot 10^{-4}$	0,844217	48
ν_p	0.3311	ensayo	t-student	$1.4 \cdot 10^{-3}$	$-5.05 \cdot 10^1$	-0,070686	24
F_ϵ (m/franja)	$3.831 \cdot 10^{-6}$	calibración	normal	$3.6 \cdot 10^{-8}$	$1.75 \cdot 10^7$	0,631546	∞
t_f (m)	0.002103	repetibilidad	t-student	$3.1 \cdot 10^{-6}$	$-3.21 \cdot 10^4$	-0,099542	9
	-	resolución	uniforme	$10^{-6}/\sqrt{12}$	$-3.21 \cdot 10^4$	-0,009269	∞
	-	calibración	normal	$2 \cdot 10^{-6}$	$-3.21 \cdot 10^4$	-0,064221	∞
	0.00008	corrección	uniforme	$10^{-5}/\sqrt{12}$	$-3.21 \cdot 10^4$	-0,092695	∞
N (franjas)	1.66	repetibilidad	t-student	$6.67 \cdot 10^{-3}$	$4.05 \cdot 10^1$	0,270043	9
	-	resolución	uniforme	$10^{-2}/\sqrt{12}$	$4.05 \cdot 10^1$	0,116873	∞
	-	calibración	normal	$9.92 \cdot 10^{-3}$	$4.05 \cdot 10^1$	0,401623	∞
C	0.804	corrección	uniforme	$10^{-2}/\sqrt{12}$	$-8.36 \cdot 10^1$	-0,241306	∞
$Y = \sigma$ (MPa)	67.207032					1,202237	140

$\sigma = 67.2 \pm 2.4$ MPa	$k = 1.96$ (95%)
-----------------------------	------------------

Tabla 3. Balance de incertidumbres aplicando el método GUF.

Método	σ (MPa)	$u(\sigma)$ (MPa)	Intervalo simétrico 95% probabilidad de cobertura	d_{inf}	d_{sup}	ζ^{GUF} válido $\delta = 0.05$?
GUF	67.207	1.202	[64.851,69.563]	0.024	0.067	No
MCM	67.209	1.224	[64.827,69.630]			

Tabla 4. Comparación de los resultados obtenidos mediante el GUF y el MCM. La validación del GUF se realiza según que la diferencia entre los límites del intervalo de cobertura sea menor o mayor que la tolerancia δ . Se han tomado más de dos cifras significativas en los resultados únicamente a efectos de comparación.

6. CONCLUSIONES

Será cuestión de meses la entrada en vigor de la normativa internacional sobre materiales de referencia para la evaluación y calibración de las técnicas ópticas de medida de deformaciones. Esta normativa garantizará la trazabilidad y posibilitará el cálculo de las incertidumbres de las medidas con ellas realizadas, haciéndolas fiables. Todo ello supondrá un importante estímulo para la difusión de este tipo de técnicas tanto en la investigación como en la industria. En el caso de la fotoelasticimetría hará posible aprovechar todo el potencial cuantitativo de la técnica.

En cuanto a los métodos de cálculo de incertidumbres, la normativa internacional está adaptándose a nuevos y mejores métodos que utilizan la potencia del cálculo por ordenador. El método GUF aceptado hasta el momento presenta limitaciones que el MCM elude. En la fotoelasticimetría, en donde los modelos matemáticos son no lineales, la aplicación de este último método es la opción apropiada, como ha quedado de manifiesto.

REFERENCIAS

- [1] Internacional Organization for Standarization. "Norma internacional ISO IEC 17025:1999 Requisitos generales relativos a la competencia de los laboratorios de ensayo y calibración". ISO IEC 17025:1999, Ginebra, ISO, 1999.
- [2] Draft VAMAS TWA 26 pre-standard "Calibration and assessment of optical strain measurement systems – Part I: Reference material for optical methods of strain measurement; – Part II: Standardised test materials for optical methods of strain measurement systems; – Part III: Good practice guides", <www.opticalstrain.com>, 2007.
- [3] Hack E., Burguete R.L., Patterson E.A., "Traceability of optical techniques for strain measurement", Applied Mechanics and Materials, 2005, vol. 3-4, 391-396.
- [4] B.I.M.P., I.E.C., I.F.C.C., I.S.O., I.U.P.A.C., I.U.P.A.P. y O.I.M.L., "Guide to the expression of Uncertainty in Measurement", 1995.
- [5] B.I.M.P., I.E.C., I.F.C.C., I.S.O., I.U.P.A.C., I.U.P.A.P. y O.I.M.L., "Evaluation of measurement data – Supplement 1 to the Guide to the expression of uncertainty in measurement – Propagation of distributions using a Monte Carlo method", 2005.
- [6] Bich W., Cox M.G., Harris P.M., "Evolution of the guide to the expression of uncertainty in measurement", Metrologia, 2006, 43, 161-166.
- [7] Ramesh K., "Digital photoelasticity. Advanced techniques and applications", Springer, Berlin, 2000.
- [8] American Society for Testing and Materials, "ASTM E 111-97, Standard Test Method for Young's Modulus, Tangent Modulus, and Chord Modulus", Annual Book of ASTM Standards, Vol. 03.01, West Conshohoken, U.S.A. , 2001.
- [9] American Society for Testing and Materials, "ASTM E 132-97, Standard Test Method for Poisson's ratio at room temperature", Annual Book of ASTM Standards, Vol. 03.01, West Conshohoken, U.S.A. , 2001.
- [10] Vishay Measurements Group Inc., "Photoelastic materials", Vishay Measurements Bulletin S-116-H, Raleigh, North Carolina, USA, 1992.
- [11] Vishay Measurements Group Inc., "Calibration of photostress coatings", Vishay Measurements Tech Note 701-1, Raleigh, North Carolina, USA, 2003.
- [12] Zandman F., Redner S.S., Riegner E.I., "Reinforcing effect of birefringent coatings", Experimental Mechanics, pp. 55-64, 1962.
- [13] Wang C.M., Iyer H.K., "On higher-order corrections for propagating uncertainties", Metrologia, vol. 42, pp. 406-410, 2005.

CARACTERIZACIÓN DE UN COMPOSITE TERMOPLÁSTICO REFORZADO CON TEJIDO DE FIBRA DE VIDRIO MEDIANTE EL ENSAYO MINIATURA DE PUNZONAMIENTO

M. A. García¹, J. Viña¹, A. Argüelles², I. Viña²

¹ Departamento de Ciencia de los Materiales e Ingeniería Metalúrgica. Escuela Politécnica Superior de Ingeniería. Campus de Viesques. Edificio Este s/n, 33204 Gijón
E-mail: magarc@uniovi.es

² Departamento de Construcción e Ingeniería de Fabricación, Escuela Politécnica Superior de Ingeniería. Campus de Viesques. Edificio Oeste s/n, 33204 Gijón

RESUMEN

En esta comunicación se presenta la aplicación del ensayo miniatura de punzonamiento (SPT: Small Punch Test) en la caracterización de un material compuesto de matriz termoplástica y refuerzo de fibra de vidrio E dispuesto en forma de tejido 2/2 Twill.

Se han realizado ensayos tanto a temperatura ambiente (aproximadamente 20°C) como a temperaturas de 100, 120 y 150°C con objeto de evaluar las posibles modificaciones producidas en el comportamiento del material por causa de la temperatura e intentar correlacionar los datos obtenidos en la curva experimental del ensayo con propiedades mecánicas fundamentales del material como el límite elástico y la resistencia mecánica. Las probetas utilizadas son cuadradas y tienen unas dimensiones de 10x10 mm² de sección y espesor 1,6 mm. Asimismo y para la temperatura ambiente ha sido analizada la evolución del proceso de daño realizando un seguimiento fractográfico paralelamente a la realización del ensayo.

PALABRAS CLAVE: Ensayo miniatura de punzonamiento. Composites. Propiedades Mecánicas

ABSTRACT

This paper presents the application of the small punch test (SPT) for the characterization of composites with thermoplastic matrix and reinforced with E-glass fiber fabric (2/2 Twill).

The tests have been carried out as ambient temperature ($\cong 20^\circ\text{C}$) as 100, 120 and 150°C. The objectives were to evaluate the variations in the behaviour of the material because of temperature and to look for a relation between the values obtained from the experimental curve of the test and the mechanical properties of the material, this is, the yield strength and the ultimate strength. The specimen shape is square with dimensions of 10x10 mm² and a thickness of 1.6 mm. Also, in ambient temperature, the evolution of the damage process has been analysed with a fractographic study.

KEYWORDS: Small punch test. Composites. Mechanical properties.

1. INTRODUCCIÓN

En el campo de los materiales diversos factores impulsan la mejora de los productos existentes o el desarrollo de nuevos materiales: reducción de peso, respuesta en cuanto a propiedades mecánicas en ambientes agresivos, resistencia a la corrosión y banda de precios. En la fabricación de elementos estructurales se ha notado un incremento importante en los últimos años en la utilización de materiales compuestos avanzados. Así materiales tradicionales como el acero, aluminio, madera van cediendo campo de aplicación a los compuestos avanzados, con los que se consiguen mejores propiedades específicas. En particular, los materiales compuestos de matriz polimérica, como por ejemplo, los composites reforzados con fibra de vidrio o

con fibra de carbono presentan excelentes relaciones resistencia/peso y rigidez/peso que los hace idóneos en determinados sectores productivos.

Las características especiales que tiene el proceso de diseño estructural de piezas en materiales compuestos es un factor adicional que ha limitado su generalización. El diseño de un elemento de material compuesto pasa por diseñar la geometría del elemento y la configuración del propio material. Dado que las posibilidades de conseguir composites que presenten diferentes configuraciones son ilimitadas, la caracterización con ensayos sobre el propio material es muy costosa y difícilmente generalizable a otras configuraciones.

Ya centrándose en el ensayo SPT se puede decir que comenzó a desarrollarse a principio de los años 80 con aplicaciones en la industria energética para caracterizar la resistencia a la fractura y la ductilidad de materiales metálicos. En la última década el SPT se ha aplicado en la caracterización de materiales poliméricos [1] [2]. En el caso de materiales compuestos el desarrollo de técnicas para determinar las propiedades mecánicas puede resultar particularmente ventajosa debido a la pequeña geometría y volumen de la muestra.

En la actualidad la evaluación de las propiedades mecánicas así como la valoración de datos de propiedades mecánicas por medio de ensayos de resistencia se asocia con elevados costes de fabricación debido a las dificultades de mecanización de este tipo de materiales si se compara con materiales tradicionales como los metales y sus aleaciones. En el caso del SPT estos costes son reducidos.

Por otra parte los ensayos de tracción de materiales compuestos y en general de los materiales frágiles se complica debido a la necesidad de probetas perfectamente alineadas y superficies libres de defectos. Por estos motivos este nuevo ensayo es interesante en investigación y desarrollo de materiales compuestos [3]. Como consecuencia de trabajar con probetas pequeñas la posibilidad de introducir errores aleatorios en los datos obtenidos es considerable de ahí que sean ensayos muy rigurosos en su desarrollo. Entre las técnicas experimentales existentes el SPT es particularmente atractivo por el pequeño tamaño de las probetas sometidas a deformación y su alta sensibilidad microestructural por un lado, y por otro por la facilidad del análisis y correlación de los datos proporcionados con algunas propiedades. La búsqueda de correlaciones entre los datos obtenidos en los ensayos existentes normalizados, y los SPT hacen necesario en un futuro próximo establecer un consenso internacional para la normalización de este tipo de pruebas.

No obstante, los ensayos con probetas miniatura todavía carecen de la normalización necesaria para poder obtener conclusiones de carácter general. Las mismas necesidades que a lo largo de la historia han llevado a la creación de comités técnicos para la elaboración de nuevas normas vuelven a repetirse en la actualidad. El desarrollo de normas para los ensayos con probetas miniatura podría permitir en un futuro poder ampliar el campo de estudio de las propiedades mecánicas de los materiales más allá de hasta donde en estos momentos es posible mediante los ensayos normalizados existentes.

Dentro de la gama de nuevos ensayos, el SPT ha venido consolidándose como un método factible para aplicación en el conocimiento de las propiedades de los materiales, siendo hoy en día uno de los de mayor interés práctico, por la cantidad de información que puede extraerse del mismo y por la relativa sencillez de su implementación.

2. ENSAYO MINIATURA DE PUNZONAMIENTO

Las probetas miniatura han de contener la cantidad de material mínima necesaria que represente las características del material que se ha de examinar. Esto obliga a que haya que tener un especial cuidado con la manipulación de las probetas, utilizando técnicas que minimicen la deformación y provoquen cambios microestructurales del material. El corte de las probetas y los cambios superficiales que se pueden derivar son determinantes para la alteración de la microestructura y tendrían consecuencias fatales en los resultados de los ensayos.

Los punzones con bola consisten en la utilización de un punzón cilíndrico de cabeza plana con una bola en su extremo. La bola ha de tener una dureza tal que no se deforme durante la ejecución del ensayo. Por tal motivo se utilizan bolas de rodamientos con durezas de 55 HRC.

Dispositivos para la medida del desplazamiento.

En el ensayo SPT se obtiene un registro gráfico de la carga frente al desplazamiento. Los valores del desplazamiento producidos durante el ensayo son pequeños. Esto hace que la deformación elástica que experimenta la máquina durante la ejecución del ensayo no se pueda despreciar. Por esta razón el desplazamiento registrado por la máquina durante el descenso de la cruceta no coincide con el experimentado por la probeta. Para corregir el error que se produce y medir con mayor exactitud el desplazamiento se utiliza un extensómetro que mide el desplazamiento relativo del punzón respecto a la matriz inferior fija del equipo de punzonado. El desplazamiento relativo medido incluye el experimentado por la probeta junto con la deformación elástica del punzón, por lo que la medida todavía continúa siendo errónea aunque en menor cuantía que antes. Mediante un ensayo en vacío se puede hacer una estimación de la deformación elástica del punzón en el curso de este ensayo.

3. MATERIAL Y PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL

3.1 Descripción del material utilizado

Se ha utilizado como material de ensayo un composite de matriz termoplástica PEI reforzado con fibra de vidrio E en forma de tejido 2/2 Twill. Este material ha sido suministrado por "Ten Cate Advanced Composites" en forma de planchas de dimensiones aproximadas de 480x480 mm² y de espesor 1.6 mm. La fracción volumétrica de fibra de vidrio es del 60%.

3.2 Procedimiento experimental

En la actualidad no existe ningún método estandarizado que defina con exactitud las dimensiones del equipo y la forma de desarrollar el ensayo. A pesar de esto pueden exponerse algunas de las principales variantes utilizadas, hasta el momento, en cuanto al procedimiento experimental para la evaluación de materiales mediante el ensayo SPT.

Se pueden utilizar diferentes tamaños y formas diversas de probetas para los ensayos de SPT. De manera general la configuración experimental recomendada para el ensayo SPT consiste en una probeta plana en forma de disco, o cuadrada, que se apoya sobre una cavidad circular y que tras ser sujeta firmemente, es inducida a deformarse en el interior de la cavidad por un penetrador esférico. El resultado de la prueba consiste en un diagrama del tipo carga-desplazamiento que correlaciona la fuerza vertical aplicada al penetrador y la flecha del punto central del disco.

Para el corte de las probetas objeto de ensayo se utilizó una cortadora metalográfica de precisión. Una vez preparadas las probetas se procedió a una caracterización metrológica en profundidad. Para ello se utilizó un micrómetro de caras paralelas con precisión de una micra (0,001mm). En cada una de las probetas se utiliza una de las esquinas para indicar una condición de norte. El criterio seguido para la demarcación de las distintas partes de la probeta se fijó de tal forma que la cara de la probeta que va a estar en contacto con la bola del punzón, la esquina indicada como norte debe quedar del lado superior derecho. Una vez demarcada esta condición toda la probeta puede señalarse mediante orientación cardinal. Se realizaron mediciones del ancho y largo y más minuciosamente del espesor, midiéndose éste en el centro, y en las posiciones Norte, Sur, Este y Oeste de la probeta. Esta operación se repitió dos veces con cada probeta.

Para la realización de los ensayos se utilizó un dispositivo diseñado y fabricado en el laboratorio de Ciencia de Materiales de la Universidad de Oviedo y que ha sido acoplado a una máquina estática Instron dotada de una célula de carga de 5 kN. El ensayo consiste en fijar la periferia de la probeta, empotrándola entre dos matrices, para posteriormente deformar la probeta hasta su rotura utilizando un punzón de cabeza semiesférica con un radio de 3 mm.

La representación gráfica de la curva carga-deflexión obtenida durante el ensayo se utiliza para determinar las propiedades mecánicas de los materiales. Debido a los requerimientos del ensayo se realizó una cuidadosa calibración del extensómetro y posteriormente se determinó la curva de deformación de todo el utillaje empleado en el ensayo cuando es sometido a las cargas propias del ensayo SPT para el tipo de material objeto de estudio. De este modo se estimó la flexibilidad de la máquina, es decir, se valoró la deformación que sufre la propia máquina y el utillaje bajo la aplicación de una

fuerza. Esta deformación debe ser determinada con el fin de corregir los resultados obtenidos, al sumar a la deformación de la probeta la deformación de máquina y utillaje.

Los ensayos en vacío se ejecutaron usando como probeta un bloque de acero rígido de elevada dureza. Con este fin se utilizó un acero con una dureza de 65 Rockwell C. Para la realización de los ensayos EMP se utilizaron valores de precarga y una velocidad para ajuste inicial del punzón de 0.5 mm/min. Tomando en consideración las velocidades de ensayo más utilizadas en la bibliografía [1] [4] se utilizó 0.5 mm/min como velocidad del cabezal una vez cubierta la precarga del ensayo. Diversos artículos hacen referencia a la preocupación constante de evitar trazados inadecuados por aplicación de velocidades excesivas durante el ensayo. Mao et al [5] consideran el SPT un ensayo de carácter estático en el cual es importante la velocidad como parámetro a tomar en consideración durante el desarrollo del mismo.

Para ajustar la probeta en el portaprobetas y sujetarla firmemente durante el ensayo, se procedió, mediante una llave dinamométrica, a dar un par de apriete homogéneo de 2 Nm. La toma de datos se efectuó cada 100 ms. Se utilizó como criterio para detener el ensayo una caída de un 50% de la carga máxima alcanzada en el ensayo. Con esta condición se evita que el punzón se incruste en el asiento inferior generando una información falsa del ensayo en su parte final. Para la realización de los ensayos con temperatura se acopló a la máquina universal de ensayos INSTRON una cámara térmica.

Una vez realizados los ensayos, se evaluó la rotura y el cambio de espesor sufrido durante el ensayo. Para ello se procedió al corte de algunas probetas por su sección transversal. El corte se realizó de tal forma que la sección pasase por el centro de la probeta deformada, con el fin de poder determinar la variación de espesor desde los extremos hasta el centro de la probeta, pasando por la zona de mínimo espesor. Una vez realizados los cortes, cada sección cortada fue observada en una lupa estereoscópica modelo NIKON ZMZ800 y luego fotografiada mediante un equipo de procesamiento de imágenes OMNIMET, con el cual se pudieron realizar medidas a lo largo de toda la sección de la probeta ensayada.

4. RESULTADOS

El SPT consiste en hacer indentar probetas pequeñas, mediante un pistón de gran rigidez, y medir la deflexión de la probeta en función de la carga aplicada. Con un equipo de registros conectado a la máquina de ensayo se obtienen las gráficas de aspecto similar al de la curva de la figura 1.

Según varios investigadores [6,7,8] la curva obtenida en este ensayo presenta en el caso de materiales metálicos

entre tres y cinco zonas características, según la deformación elástica o plástica del material. En ningún caso las zonas reseñadas por éstos son comparables a las aquí presentadas pues desde la zona 1 ya se aprecia el agrietamiento y rotura del material. En todos los casos, las probetas ensayadas en idénticas condiciones presentan curvas prácticamente idénticas lo que es un identificativo de la repetitividad de este ensayo.

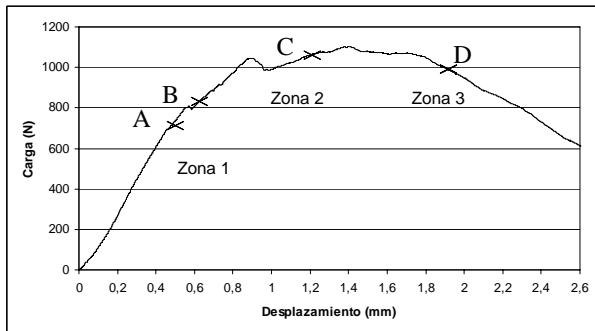


Fig. 1 - Gráfico carga-desplazamiento para ensayos de punzonamiento realizados a temperatura ambiente.

En el caso de materiales compuestos parece que la curva como puede observarse en la figura 1 presenta tres zonas características. Al comienzo del ensayo la relación carga/área de contacto adquiere valores muy elevados. En la condición ideal inicial la bola se aproxima a un punto de la probeta, es decir a un área con superficie cero lo que genera elevadas tensiones. En la primera parte de la curva la carga crece rápidamente, indicando que la velocidad de crecimiento de la carga es muy superior que el área de contacto, observándose una zona lineal donde la carga se incrementa linealmente con la deflexión en la probeta, para ralentizarse en su crecimiento en valores cercanos a los 800 N donde se ralentiza cambiando la pendiente, para inmediatamente continuar con un crecimiento no lineal de carga-desplazamiento hasta llegar a valores máximos de carga superiores a los 1100 N en el caso de este material y a partir de este punto la carga comienza un descenso gradual terminando con una caída abrupta hasta el punto de fallo una vez superada la carga máxima. Por otra parte para valores de carga bajos se observa una curva con forma sigmoidal que precede a la zona lineal. A partir del estudio de esta curva se ha procedido a programar ensayos de parada justo antes y después del cambio de zona. Los valores de carga seleccionados para realizar las paradas son los siguientes: 710, 900 N (para el tránsito entre la zona 1 y 2 anteriormente mencionadas) y 1110 y 1010 N (para la frontera entre las zonas 2 y 3). La aparición de una meseta para valores de carga pequeños (~ 50 N) que aparecen en todos los ensayos realizados y que se observan de una forma más clara en la figura 3 se relacionan con la carga necesaria para guiar el punzón en la superficie de la probeta.

Se han realizado seis ensayos para cada condición observándose una similitud en los recorridos que permite deducir el alto grado de repetitividad del ensayo cuando las probetas tienen espesores similares siendo atribuibles esas pequeñas diferencias a defectos del material, a la apreciación de los equipos de medición y errores experimentales.

La figura 2 muestra las curvas carga-desplazamiento obtenidas a diferentes temperaturas desde temperatura ambiente hasta 150°C donde se observa como al disminuir la temperatura es preciso una carga menor para conseguir una misma deformación.

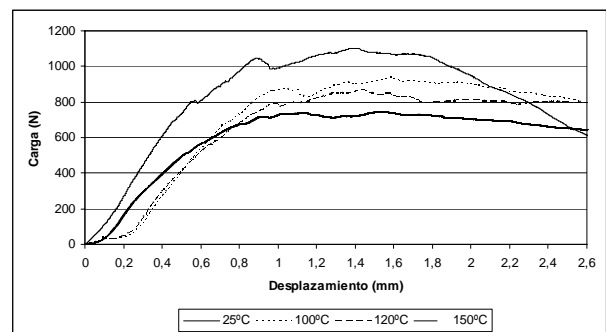


Fig. 2 - Gráfico carga-desplazamiento para ensayos de punzonamiento realizados a varias temperaturas

En la figura 3 se muestran las micrografías SEM obtenidas de los ensayos cuyos resultados se muestran en la figura 2, donde se puede observar que en todos los casos el daño provocado tiene lugar en dos direcciones perpendiculares siendo una de estas direcciones preferencial la cual queda perfectamente delimitada en la transición entre las dos primeras zonas de la curva característica de este ensayo como se comentó en la figura 1. Las cargas a las que se ha parado el ensayo son 710, 900, 1110 y 1010 N todas ellas seleccionadas en función de los datos proporcionados por los ensayos sin parada con el fin de evaluar el comportamiento de la curva a lo largo de su recorrido.

De las cuatro micrografías presentadas las dos superiores se corresponden con la transición entre la zona 1 y 2 (puntos marcados como A y B en la figura 1), y las dos inferiores con el cambio entre la zona 2 y 3 (puntos marcados como C y D en la misma figura). Como se puede observar en este último caso, el daño provocado en la dirección preferencial llega a ser tan importante al aproximarse a la tercera zona que provoca el colapso del material en la otra dirección y que da lugar a la zona 3 reseñada al describir la curva de la figura 1.

En la figura 4 se muestran las micrografías obtenidas a la finalización del ensayo de punzonamiento (zona 3 de la curva). En la figura izquierda se muestra la micrografía a 250x donde se puede apreciar el daño provocado en el material según los diferentes planos de

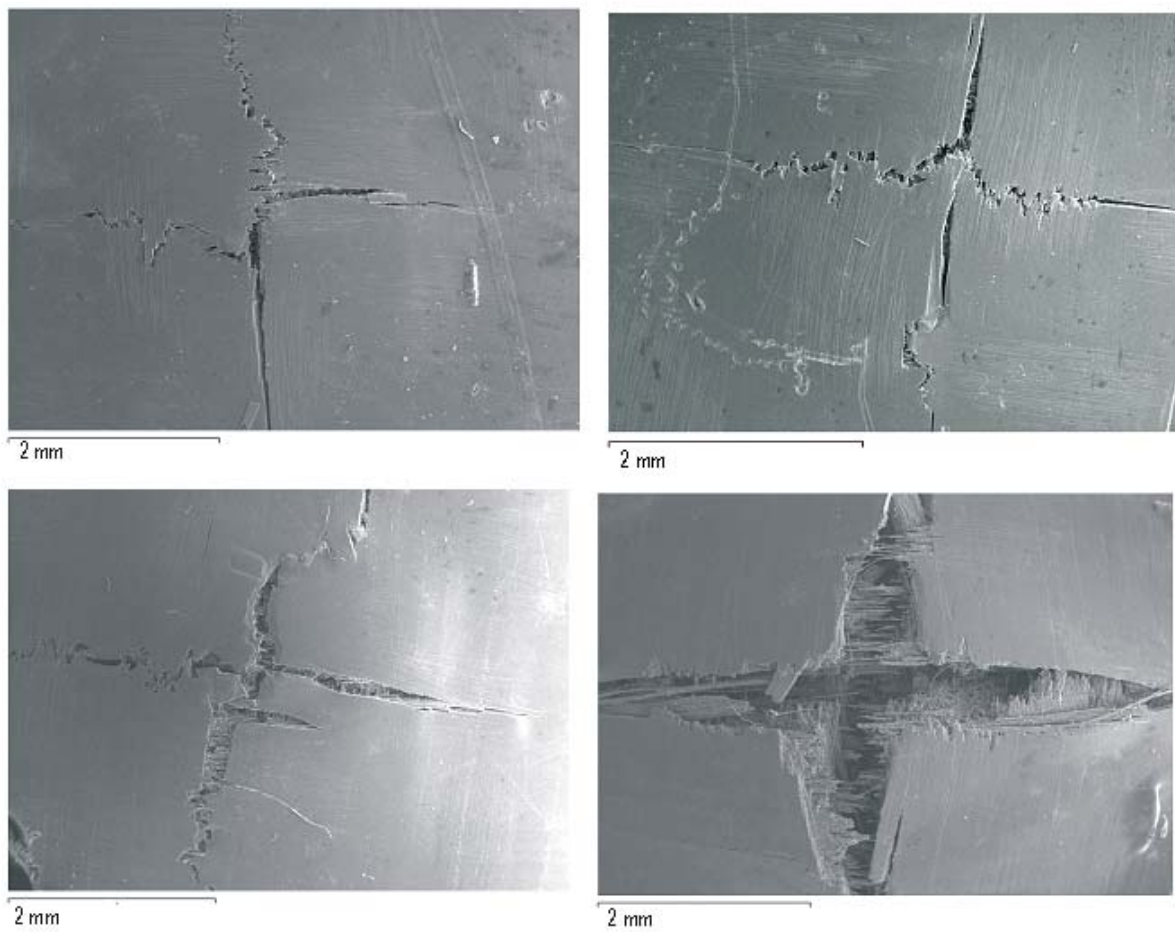


Fig. 3 - Imágenes de SEM x20 para ensayos a cargas máximas de 710, 900, 1100 y 1000 N

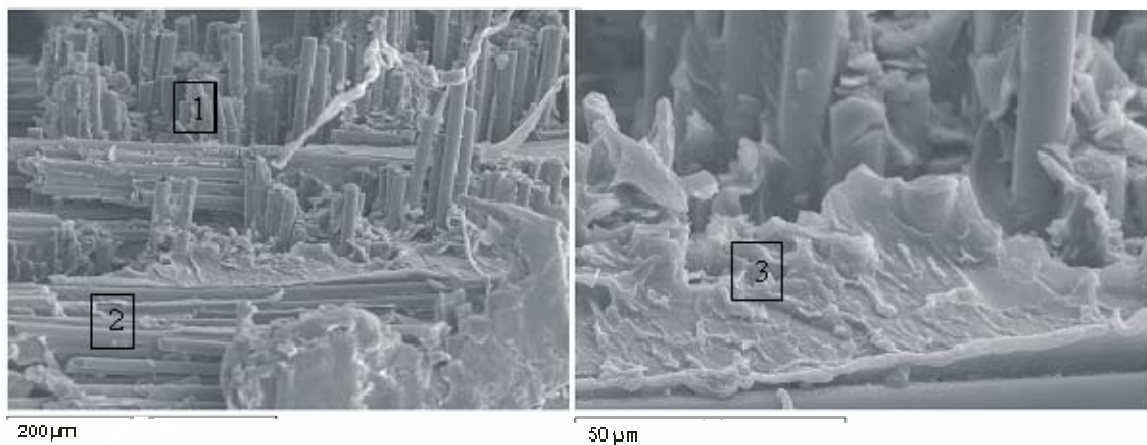


Fig. 4 - Imágenes de SEM x250 (figura izquierda) y x1000 (figura derecha) obtenidas para el material sometido al ensayo de punzonamiento en la zona 3 del ensayo

tejido dispuestos perpendicularmente a la aplicación de la carga. En esta se puede observar la rotura del tejido en ambas direcciones (zonas marcadas en la micrografía como 1 y 2). En la figura 4 derecha tomada a 1000x se puede observar cierta plastificación de la matriz que provoca el despegue fibra-matriz y el colapso del material (zona marcada como 3).

En la figura 5 se muestra una micrografía SEM de una probeta que ha sido ensayada a temperatura ambiente hasta rotura y que ha sido seccionada perpendicularmente a la superficie punzonada para determinar el grado de degradación que ha sufrido el material. En ella se observan tres puntos de inicio de daño, dos laterales debidos al punzón y uno central inferior en la parte traccionada de la probeta. La rotura final se produce cuando el punto de inicio de daño más próximo de los dos superiores se encuentra con el inferior y se produce el daño total.

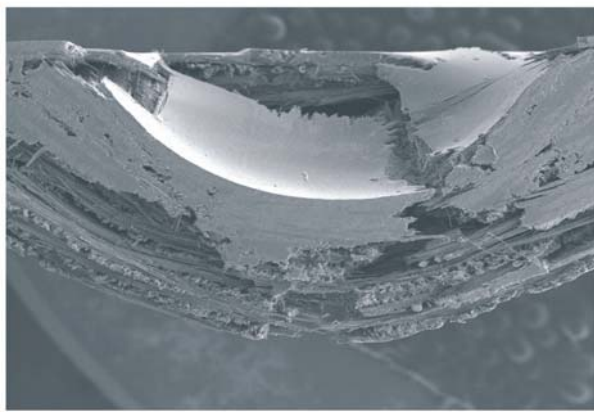


Fig. 5 - Imagen de SEM X20 de una sección transversal de la probeta al final de la zona 3 del ensayo

5. CONCLUSIONES

Del trabajo realizado bajo las condiciones de caracterización efectuadas, los resultados obtenidos permiten concluir lo siguiente:

A partir de los resultados alcanzados tras la puesta a punto de esta nueva técnica de ensayo se podría abrir una nueva vía para la determinación de las propiedades mecánicas de composites de matriz termoplástica.

El ensayo de punzonamiento provoca un daño en el material según dos direcciones perpendiculares que parecen estar en relación con el tipo de armadura del refuerzo utilizado, como ha quedado patente en las investigaciones realizadas [9].

Parece existir cierta relación entre la resistencia última a tracción evaluada a partir del ensayo de tracción uniaxial y el cociente entre carga máxima aplicada en el ensayo de punzonamiento y el espesor del material.

AGRADECIMIENTOS

Los autores desean agradecer la financiación recibida del Ayuntamiento de Gijón así como al Instituto Universitario de Tecnología de Asturias (IUTA) para la realización de esta investigación.

REFERENCIAS

- [1] S.M. Kurtz, J.R. Foulds, Ch. W. Jewett, S. Srivastav and A. Edidin, "Validation of a small punch testing technique to characterize the mechanical behaviour of ultra-high-molecular-weight polyethylene", *Biomaterials* 18, pag. 1659-1663, 1997.
- [2] V.L. Giddings, S.M. Kurtz, J.R. Foulds, Ch. W. Jewett, S. Srivastav and A.A. Edidin, "A small punch test technique for characterising the elastic modulus and fracture behaviour of PMMA bone cement used in total joint replacement, *Biomaterials* 22, pag. 1875-1881, 2001.
- [3] P. Wanjara, R.A.L. Drew, S. Yue, "Application of small specimen testing technique for mechanical property assessment of discontinuously reinforced composites, *Mater. Sci. Technol.* 22, pag. 61-71, 2006.
- [4] A.A. Edidin, C.W. Jewett, A. Kalinowski, K. Kwarteng, S.M. Kurtz, "Degradation of mechanical behaviour in UHMWPE after natural and accelerated aging", *Biomaterials*, 21, pag. 1451-1460, 2000.
- [5] X. Mao, H. Takahashi, T. Kodaira "Small Punch Test to predict ductile fracture toughness J_{Ic} and brittle fracture toughness K_{Ic} ", *Scripta Metallurgica et Materialia*, 25, pag. 2481-2485, 1991.
- [6] E. Fleury, J.S. Ha, "Small punch test to estimate the mechanical properties of steels for steam power plant: I." *Mechanical Strength International Journal of Pressure Vessels and Piping* 75, pag. 699-706, 1998.
- [7] M. Eskner, R. Sandtröm, "Mechanical Property Evaluation Using the Small Punch Test" *Journal of Testing and Evaluation*, 32-nº4, pag. 1-8, 2004.
- [8] J. Autillo, M.A. Contreras; C. Betegón, C. Rodríguez, F.J. Belzunce, "Utilización del ensayo miniatura de punzonamiento (Small Punch Test) en la caracterización mecánica de aceros". *Anales de Mecánica de la Fractura* 1, pag. 77-83, 2006.
- [9] M.A. García, J. Viña, A. Argüelles, I. Viña, M.A. Castrillo, "Aplicación del ensayo miniatura de punzonamiento para la caracterización mecánica de composites de matriz termoplástica", *Actas del XX Congreso Nacional de Materiales Compuestos*, pag. 585-592, 2007.

INCREMENTO TÉRMICO ASOCIADO A LA DEFORMACIÓN PLÁSTICA EN ENSAYOS DE COMPRESIÓN DE PROBETAS METÁLICAS

R Guzmán y J.L. Pérez Castellanos

¹Departamento de Mecánica de Medios Continuos y Teoría de Estructuras
Universidad Carlos III de Madrid
Avda. de la Universidad 30
28911 Leganés, Madrid, España
E-mail: percaste@ing.uc3m.es

RESUMEN

La relación constitutiva de un material metálico muestra la tensión como función de la deformación, la velocidad de deformación, la temperatura y, en general, de otras variables termomecánicas. La relación constitutiva incluye coeficientes y exponentes que, generalmente, se determinan mediante ajuste de la relación tensión-deformación obtenida en ensayos experimentales.

En un material que se deforma plásticamente, parte del trabajo de deformación plástica se convierte en calor. En ensayos a alta velocidad de deformación, en los que se asume la hipótesis de adiabaticidad, la ecuación de balance térmico permite obtener directamente el calor generado por integración de la energía de deformación plástica.

El objetivo de este trabajo es presentar un procedimiento de ensayo de compresión con medida sincronizada del incremento de temperatura en la superficie de la probeta y su aplicación a la determinación de los parámetros de la relación constitutiva.

ABSTRACT

The constitutive relation of a metallic material shows the stress as function of the plastic strain, the strain rate, the temperature and, possibly, other thermo-mechanical variables. The constitutive relation usually includes parameters as coefficients or exponents that usually are determined by adjusting of the true stress-true strain relation obtained in experimental tests.

During plastic straining, part of the strain energy is dissipated as heat. If the strain process takes place at high strain rate, this heating process can be considered adiabatic which, by means of the corresponding heat balance equation, allows for direct calculation of the heat generated as a function of plastic strain energy.

The main objective of this work is to present a compressive testing procedure with a synchronized measure of temperature increment in the specimen surface and its application to the constitutive relation parameters determination.

Keywords: *Constitutive equation, infrared thermography, plastic strain, temperature increment, emissivity, Hopkinson Bar, strain rate*

1. INTRODUCCION

1.1 Deformación plástica e incremento térmico

Para un material elasto-plástico que se deforma en condición uniaxial la ecuación que representa el balance de temperatura es

$$\lambda \nabla^2 T - \dot{T} = -\frac{\beta}{\rho C_p} \sigma \dot{\epsilon}^p + \frac{\alpha}{\rho C_p (1-2\nu)} T \dot{\epsilon}_{kk}^e \quad (1)$$

donde

- \dot{T} es la tasa de variación de la temperatura por unidad de volumen

- $\lambda \nabla^2 T$ es la pérdida de temperatura por conductividad
- $\frac{\alpha}{\rho C_p (1-2\nu)} T \dot{\epsilon}_{kk}^e$ es la variación de temperatura (reversible) asociada a la deformación elástica
- β es el parámetro de Quinney-Taylor que representa la proporción de energía de deformación plástica que se convierte en calor generado
- $\frac{\beta}{\rho C_p} \sigma \dot{\epsilon}^p$ es la variación de temperatura (irreversible) asociada a la deformación plástica.

En condiciones de alta velocidad de deformación, puede suponerse un proceso de deformación adiabático, $k\nabla^2 T = 0$; si, además, se desprecia el efecto termoelástico,

$$\frac{\alpha}{\rho \cdot C_p} \frac{E}{(1-2\nu)} T_0 \dot{\epsilon}_{kk}^e \quad (2)$$

la ecuación (1) pasa a ser:

$$\dot{T} = \frac{\beta}{\rho \cdot C_p} \sigma \cdot \dot{\epsilon}^p \quad (3)$$

Por integración de la expresión anterior, se obtiene el incremento de temperatura como función de la deformación plástica alcanzada

$$\Delta T(\epsilon_0^p) = \int_0^{\epsilon_0^p} \frac{\beta}{\rho \cdot C_p} \sigma \cdot d\epsilon^p \quad (4)$$

Es usual considerar el coeficiente β constante; sin embargo, es un hecho constatado que β depende de la deformación plástica. Diferentes modelos se han propuesto para tener en cuenta esta dependencia. Entre otros investigadores, Zehnder et al. [1], propuso un modelo basado en el cálculo de la energía por unidad de densidad de dislocaciones. Para un material con una relación constitutiva de tipo potencial, el coeficiente β es una función de la deformación plástica ϵ^p y del exponente de endurecimiento n :

$$\beta = 1 - n \left(\frac{\epsilon^p}{\epsilon_0} \right)^{n-1} \quad (5)$$

1.2 Medición de la temperatura

Existen al menos dos técnicas para medir el calor generado durante el proceso de deformación plástica de materiales metálicos. La primera de ellas es la que se basa en el uso de termopares de respuesta rápida conectadas a la probeta que se ensaya [2]. La segunda se basa en la medición de la radiación térmica que emite la probeta [3] al deformarse y que corresponde al campo de temperatura en la superficie del material; cuando esta técnica se lleva a cabo con una cámara de infrarrojos, se la denomina *termografía infrarroja* [4]. Esta técnica es la que ha sido utilizada en este trabajo.

La termografía infrarroja (TIR) ha sido frecuentemente utilizada para medir el incremento de temperatura asociado a la deformación plástica en materiales metálicos. Así, Manson et al. [5], Kappor et al. [6] y Trojanowski et al. [7] han medido el incremento de temperatura en ensayos de compresión en barra

Hopkinson. Gadaj et al. [8], Nowacky et al [9] y Rusinek et al. [10] utilizaron la TIR en ensayos de cortadura a alta velocidad de deformación. Hartley et al. [11] llevaron a cabo ensayos en barra Hopkinson de torsión con medida simultánea del incremento de temperatura. Probetas de aleaciones de Titanio han sido ensayadas en barra Hopkinson de tracción por MacDougall et al. [12] midiendo el incremento térmico con un radiómetro de infrarrojos. Guzmán et al. [13] han desarrollado un procedimiento de ensayo en barra Hopkinson con medida simultánea del incremento térmico mediante TIR.

Walley et al. [14] ha hecho un estudio comparativo de ambas técnicas concluyendo en la fiabilidad de los termopares pero en su difícil uso en ensayos dinámicos debido a su inercia térmica.

2 SISTEMA DE ENSAYO

Se describe a continuación un sistema para ensayar materiales en compresión y en el que simultáneamente se mide el incremento de temperatura asociado a la deformación plástica. Los principales elementos del sistema son los siguientes.

Máquina de ensayo

En los ensayos cuasi-estáticos se ha utilizado un máquina universal de ensayos marca Instron.

En los ensayos dinámicos se ha utilizado una barra Hopkinson de compresión (SHPB), aparato que consta de dos barras coaxiales (barra incidente y barra transmisora) entre las cuales se coloca la probeta del material a ensayar. Un proyectil cilíndrico del mismo material, con la misma sección que las barras y coaxial con éstas es acelerado con aire comprimido hasta que golpea en el extremo libre de la barra incidente. Como resultado del impacto, un pulso de compresión se propaga por la barra incidente hasta alcanzar la probeta instantánea en el que se divide, en contacto con la barra transmisora en una onda reflejada y en una transmitida a través de la barra transmisora. Dos bandas extensométricas adheridas respectivamente a la barra incidente y transmisora registran las ondas de tensión en las barras en forma de variaciones de voltaje, $V_o(t)$. El voltaje registrado se relaciona con el pulso de deformación, $e(t)$, (incidente, e_i , transmitido, e_t y reflejado, e_r) en la expresión:

$$V_o = G V_e \frac{K}{2} (1 - \nu) e \quad (6)$$

siendo G el factor de ganancia, K el factor de galga y ν el coeficiente de Poisson del material de las barras. A partir de estos pulsos de deformación, la deformación,

e_s , la velocidad de deformación, \dot{e}_s , y la tensión en el material, S_s , pueden calcularse utilizando las expresiones que ofrece la teoría de ondas unidimensionales

$$e_s = \frac{2c}{L} \int_0^t e_r \cdot dt; \dot{e}_s = \frac{2c}{L} e_r; s_s = E \frac{A}{A_s} e_t \quad (7)$$

siendo c la velocidad de las ondas elásticas en el material, A_s la sección inicial de la barra, A el área de la barra, L la longitud inicial de la probeta y E el módulo de Young del material de la barra. Finalmente, la tensión, σ , y la deformación verdaderas, ε , pueden obtenerse, respectivamente, mediante las expresiones $\sigma = s(1+e)$, $\varepsilon = \ln(1+e)$.

Cámara de infrarrojos (CIR)

Para medir el incremento de temperatura en la probeta durante el ensayo se ha utilizado una cámara de infrarrojos Thermosensorik CMT 384 M. Previamente a los ensayos, la cámara fue calibrada.

Cámara de ensayo

La probeta unida a la barra Hopkinson (o a los actuadores de La máquina Instron) se coloca en una cámara de ensayo cuya misión es aislarla de radiaciones externas espurias de tal modo que la CIR mida solamente su radiación térmica. En el interior de la cámara se han dispuesto unas resistencias eléctricas controlables mediante termopares; mediante estas resistencias se calienta la probeta en ensayos a alta temperatura.

Cámara oscura

Esta cámara, que está conectada con la cámara de ensayo, fue diseñada teniendo en cuenta la distancia focal de trabajo de la CIR. En la figura 1 puede verse una fotografía del conjunto de las cámaras de ensayo y oscura montadas sobre la barra Hopkinson.



Figura 1

Sistema de sincronismo

Un aspecto fundamental del sistema de ensayo es el sincronismo entre el disparo de la SHPB y el comienzo de la toma de imágenes por la CIR. Han de tenerse en cuenta tanto los tiempos que la onda tarda en recorrer los elementos mecánicos de la SHPB como el tiempo consumido en la toma de una imagen y el espaciamiento entre tomas así como otros retardos del sistema. Este sincronismo se consigue mediante un trigger y un sistema especialmente diseñado basado de fibra óptica.

3 ENSAYOS Y RESULTADOS

3.1 Material

Se ha aplicado la técnica de ensayo descrita a varios materiales como, por ejemplo, la aleación de Magnesio ZC71, un compuesto de base la aleación anterior y refuerzo cerámico (SiC, 12%vol) y la aleación de aluminio Al6082.

En todos los casos, se llevaron a cabo ensayos previos para determinar la emisividad del material. Una probeta con un termopar insertado en un taladro radial y cubierta de humo de vela se colocó sobre la superficie de una placa de calentamiento donde fue calentada suavemente desde la temperatura ambiente. Durante el proceso de calentamiento se registraron de forma continua la temperatura captada por el termopar, TC, y la medida por la CIR. Comparando ambas temperaturas se obtuvo la emisividad del material. Los valores resultantes fueron los siguientes; para la aleación de Mg y para el compuesto de base Mg, 0.8, y para la aleación de aluminio, 0.95.

3.2 Ensayos

En primer lugar se llevaron a cabo ensayos de compresión estática. En estos ensayos se observan oscilaciones periódicas de pequeña amplitud en el incremento de temperatura medido, oscilaciones que se corresponden con oscilaciones del mismo período en las curvas tensión-tiempo y deformación-tiempo. Estas oscilaciones probablemente se deben a discontinuidades en el proceso de deformación asociadas a la formación de bandas de cortante en la superficie de la probeta.

Se han realizado, también, ensayos de compresión dinámica obteniéndose en cada uno de ellos tanto la relación tensión verdadera-deformación verdadera como una colección de imágenes de temperatura sucesivas. Tanto en ensayos estáticos como dinámicos, una vez obtenidas, las imágenes fueron tratadas para obtener los mapas de temperatura durante el ensayo. La figura 2 muestra cuatro perfiles de incremento de temperatura obtenidos en el mismo ensayo en

diferentes instantes de tiempo. Cada perfil corresponde a la temperatura en la probeta y en parte de ambas barras siendo su ancho total la dimensión horizontal de la ventana utilizada. Dado que durante el ensayo la probeta se mueve ligeramente en el sentido del impacto (de derecha a izquierda), los perfiles se muestran progresivamente desplazados hacia la izquierda; la primera imagen obtenida es pues la que se encuentra más a la derecha en la figura 2. Puede observarse cómo la temperatura se eleva en la probeta conforme progresa el ensayo.

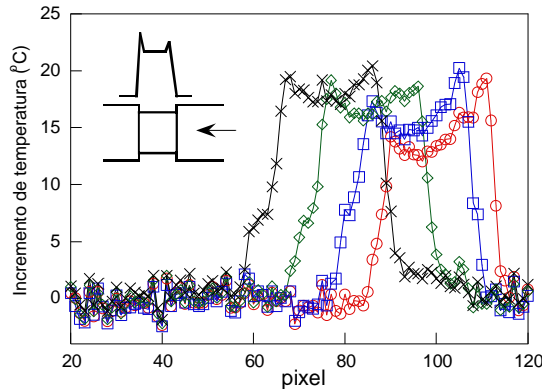


Figura 2

3.3 Influencia de la lubricación

Tanto en ensayos estáticos como dinámicos, el uso de lubricante entre probeta y máquina produce en todos los casos un aumento de alrededor de 1° C en el incremento de temperatura. Esta diferencia es debida, probablemente, al hecho de que la presencia de lubricante facilita la deformación de la probeta en la dirección radial.

3.4 Efecto termoelástico

En ensayos dinámicos de alguno de los materiales estudiados, el ΔT correspondiente a la deformación máxima (última imagen de la CIR durante el proceso de deformación) resultó ligeramente mayor que el ΔT obtenido en la siguiente imagen de la CIR (finalizado el proceso de deformación y cuando aún no se ha producido evacuación de calor al entorno). La diferencia entre ambos incrementos coincide sensiblemente con el incremento térmico asociado a la deformación elástica, $\frac{\alpha}{\rho C_p} \frac{E}{(1-2\nu)} T \dot{\epsilon}_{kk}^e$. Finalizado

pues el proceso de deformación y anulada la deformación elástica, el carácter de reversible del incremento térmico asociado a esta deformación, da lugar a que se modifique la temperatura medida por la CIR. Este hecho lleva a la conclusión de que la hipótesis de no consideración del incremento térmico asociado a la deformación elástica, que conduce a la ecuación (4), debe ser ratificada en cada caso.

4 CALIBRACIÓN DE ECUACIONES CONSTITUTIVAS

Se plantea, a continuación, un procedimiento para la calibración de relaciones constitutivas basado en la medición del incremento térmico por deformación. Considérese una relación constitutiva para un material metálico

$$\sigma = \sigma(\epsilon^p, \dot{\epsilon}, T; p_1, \dots, p_n) \quad (9)$$

Aceptando la hipótesis de un proceso adiabático de deformación, el incremento de temperatura en el material, ΔT , correspondiente a la deformación plástica alcanzada, ϵ_0^p , en un ensayo a temperatura T_0 y en el que se alcanzó una velocidad de deformación $\dot{\epsilon}_0$ se obtiene por integración (4) en el intervalo $[0, \epsilon_0^p]$ de la energía de deformación plástica afectada del coeficiente de Quinney-Taylor, $\beta(\epsilon^p)$. En esta integral la expresión utilizada para σ como función de la deformación plástica es la propuesta en (9). La integral (4) resulta entonces igual a una expresión de los parámetros (coeficientes y exponentes) de (9)

$$\Delta T_c(\epsilon_0^p, \dot{\epsilon}_0, T_0; p_1, \dots, p_n) \quad (10)$$

Igualando el incremento de temperatura calculado al medido se obtiene una ecuación que incluye como variables los parámetros de la relación constitutiva p_1, \dots, p_n

$$\Delta T_m = \Delta T_c(\epsilon_0^p, \dot{\epsilon}_0, T_0; p_1, \dots, p_n) \quad (11)$$

Realizando diferentes ensayos en los que de uno a otro se varía la temperatura del ensayo así como la velocidad de deformación alcanzada pueden obtenerse ecuaciones como la (11). En un mismo ensayo pueden considerarse, también, diferentes valores de la temperatura alcanzada y de la correspondiente deformación plástica dando lugar a ecuaciones diferentes. Resolviendo el sistema de ecuaciones resultante se obtienen los valores de los parámetros de la relación constitutiva (9).

El procedimiento descrito ha sido aplicado a la determinación de los parámetros de la conocida relación constitutiva de Johnson-Cook modificada.

$$\sigma = \left(A + B \epsilon^{p_n} \right) \left(1 + C \ln \frac{\dot{\epsilon}}{\dot{\epsilon}_0} \right) (1 - T^{*m}) \quad (12)$$

siendo

$$T^* = \frac{T - T_{amb}}{T_{fus} - T_{amb}} \quad (13)$$

Esta relación constitutiva incluye cinco parámetros que han de ser determinados: A, B, C, n y m.

Como ejemplo se muestra, los resultados de aplicación de este procedimiento para la determinación de los valores de estos parámetros de la aleación de aluminio Al6082. Como expresión del coeficiente de Quinney-Taylor, $\beta(\epsilon^p)$ se ha utilizado la propuesta por Zehnder. Dado que la velocidad de deformación durante el ensayo es prácticamente constante y el incremento de

temperatura es pequeño, tanto el factor $\left(1 + C \ln \frac{\dot{\epsilon}}{\dot{\epsilon}_0}\right)$

como el factor $(1 - T^{*m})$ pueden ser sacados fuera de la integral. Como resultado, la expresión (4) pasa a ser

$$\Delta T(\epsilon^p) = \frac{\left(1 + C \ln \frac{\dot{\epsilon}}{\dot{\epsilon}_0}\right) (1 - T^{*m})}{\rho C_p} \int_0^{\epsilon^p} \left(1 - n \left(\frac{\epsilon^p}{\epsilon_0}\right)^{n-1}\right) (A + B \epsilon^{p^n}) d\epsilon^p \quad (14)$$

Se llevaron a cabo ensayos en barra Hopkinson (tabla 1) a diferente temperatura y velocidad de deformación (determinadas por el operador). En cada uno de ellos se midieron varios incrementos de temperatura pudiendo relacionar cada uno de ellos con el valor de la deformación plástica alcanzada mediante el sistema de sincronismo.

Tabla 1.- Datos de los ensayos

Ensayo	Vel. def. (s^{-1})	Temp. del ensayo ($^{\circ}C$)
1	280	23
2	570	23
3	570	100
4	1050	23
5	1050	23
6	1050	100

La tabla 2 muestra, para cada ensayo el valor del incremento de temperatura medido y el de la correspondiente deformación plástica alcanzada

Tabla 1.- Resultados de los ensayos

Ensayo	ΔT medido ($^{\circ}C$)	Def. plástica
1	7	0.01
2	10	0.06
3	11	0.09
4	12	0.06
5	17	0.12
6	13	0.13

Estos valores fueron sustituidos, para cada ensayo, en la expresión (14) obteniendo una ecuación con cinco variables (los parámetros A, B, C, n y m). Aplicando el método de Newton-Raphson al sistema resultante se obtuvo la mejor solución para el sistema algebraico resultante (seis ecuaciones y cinco incógnitas). Reemplazando los valores de los parámetros en la expresión (12), la relación constitutiva resulta

$$\sigma = (260 + 285 \epsilon^{p0.5}) \left(1 + 0,005 \ln \frac{\dot{\epsilon}}{1}\right) (1 - T^{*1.7}) \quad (15)$$

Como clara consecuencia de que la aleación de aluminio ensayada tiene una baja dependencia de la velocidad de deformación, el coeficiente C resulta muy pequeño.

Los parámetros de la relación constitutiva fueron también obtenidos ajustando por mínimos cuadrados las relaciones tensión verdadera-deformación verdadera obtenidas en los ensayos. Los valores resultantes son muy similares a los obtenidos aplicando el procedimiento propuesto.

$$\sigma = (265 + 275 \epsilon^{p0.475}) \left(1 + 0,032 \ln \frac{\dot{\epsilon}}{1}\right) (1 - T^{*1.58}) \quad (16)$$

La mayor diferencia encontrada fue en el parámetro C lo que, obviamente, se debe a su pequeño valor.

4. CONCLUSIONES

El uso de la termografía infrarroja posibilita la medición del incremento térmico asociado con la deformación plástica alcanzada por un material en un ensayo de compresión.

Establecer la correspondencia entre temperatura y deformación ha requerido definir y construir un sistema que garantice el sincronismo entre el ensayo mecánico y la adquisición de datos por la CIR, especialmente en ensayos a alta velocidad de deformación. Para ello se han identificado y cuantificado los intervalos de tiempo tanto mecánicos como electrónicos que intervienen en el ensayo. Este sistema es especialmente importante en el caso de los ensayos dinámicos.

Utilizando este sistema y el correspondiente procedimiento operativo, se han llevado a cabo mediciones del incremento térmico asociado a la deformación plástica en ensayos estáticos y dinámicos de diferentes materiales pudiéndose asociar la temperatura medida con la deformación plástica.

Como una posible aplicación del sistema, se ha definido un procedimiento para la determinación de los parámetros de la relación constitutiva del material ensayado. Este procedimiento se ha aplicado al caso de la relación constitutiva de Johnson-Cook modificada.

El procedimiento se basa en igualar la temperatura medida en un ensayo con la calculada por integración de la energía de deformación plástica afectada del coeficiente de Quinney-Taylor. La temperatura calculada es una expresión analítica en la que aparecen como variables los parámetros de la relación constitutiva. Como expresión del coeficiente de Quinney-Taylor se ha utilizado la propuesta por Zehnder.

Realizando ensayos a diferentes temperaturas y velocidades de deformación o igualando la temperatura medida con la calculada para un cierto valor de la deformación plástica, se obtienen ecuaciones que constituyen un sistema cuya solución numérica es una estimación de los valores de los parámetros de la relación constitutiva.

Los valores de los parámetros así obtenidos son muy similares a los que resultan del ajuste de las relaciones tensión verdadera-deformación verdadera obtenidas en los ensayos.

El incremento de temperatura es, pues, una variable observable que puede ser utilizada para la determinación de los parámetros de la relación constitutiva de un material metálico.

REFERENCIAS

- [1] Zehnder A.T., 1991, "A Model for the Heating Due to Plastic Work", *Mechanics Research Communications*, Vol 18, 23-28.
- [2] Rittel, D., "Transient temperature measurement using embedded thermocouples." *Exp. Mech.*, 38 (2), 73±79, 1998.
- [3] Y. Rabin and D. Rittel, "Infrared temperature sensing of mechanically loaded specimens: Thermal Analysis", *Exp. Mech.*, pp 197-202, 2000.
- [4] D.P. Dewitt y Gene D. Nutter, "Theory and practice of Radiation Thermometry" A Wiley- Interscience Publication, 1988.
- [5] Manson, J.J., Rosakis, A. J. and Ravichandran (1994) On the strain and strain rate dependence of the fraction of plastic work converted to heat: an experimental study using high speed infrared detectors and the Kolsky bar. *Mechanics of Material* 17, 135-145.
- [6] Kappor, R., Sia Nemat-Nasser (1998) Determination of temperature rise during high strain rate deformation. *Mechanics of Material* 27, 1-12.
- [7] Trojanowski, A., Macdougall, D. and Harding, J. (1998) An improved technique for the experimental measurement of specimen surface temperature during Hopkinson-bar tests. *Mesurement Sci. Tech.* 9, 12-19.
- [8] Gadaj, S.P.; Nowacki, W.K. and Pieczyska, E.A. (1996) Changes of temperature during the simple shear test of stainless steel. *Archives of Mechanics* 48 (2), 779-788.
- [9] Nowacki W.K., Gadaj S.P. and Pieczyska E.A. Measurement of temperature during simple dynamic shear. *Center of Mechanics and information Technology*. 185-191.
- [10] Rusinek A., Novacki W.K., Gadaj P. and Klepaczko J.R., 2003, "Measurement of temperature coupling by thermovision and constitutive relation at high strain rates for the dual phase sheet steel.", *Journal de Physique IV France* 110, pp 411-416
- [11] K. A. Hartley, J. Duffy, y R. H. Hawley, 1897, "Measurement of the temperature profile during shear band formation in steels deforming at high strain rate.", *Journal of the Mechanics and Physics*, Vo 35, No 3 pp 283-301.
- [12] MacDougall, D. and Harding, J. (1998) The measurement of specimen surface temperature in high-speed tension and torsion test. *Int. J. of Impact Enging.* 21(6), 473-488.
- [13] R. Guzmán, Y.E. Essa, J. Meléndez, J. Aranda, F. López y J. L. Pérez-Castellanos "Measurement of temperature increment in compressive quasi-static and dynamic tests using the infrared thermography", *Strain* 2007 In press
- [14] Walley, S.M., Pround, W.G., Rae, P.J. and Field, E. (2000) Comparison of two methods of measuring the rapid temperature rises in split Hopkinson bar specimens. *Review of Scientific Instruments* 71, 4, 1766-1777.

AGRADECIMIENTOS

Los autores desean agradecer a la Comisión Interministerial de Ciencia y Tecnología la ayuda recibida a través del proyecto N° GR/MAT/0504/2004.

ESTIMACIÓN DE LA TENACIDAD A FRACTURA A PARTIR DE PROBETAS “SMALL PUNCH” ENTALLADAS

R. Lacalle, J.A. Álvarez, J. García y F. Gutiérrez-Solana

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

E-mail: lacaller@unican.es

RESUMEN

El ensayo Small Punch, cuyo desarrollo se inició a comienzos de los 80, ha sido empleado hasta la fecha como una herramienta para la estimación de las propiedades mecánicas, para caracterizar la transición dúctil-frágil de aceros o para conocer la evolución de esas propiedades con fenómenos de envejecimiento como la irradiación neutrónica. Este ensayo ha sido incluso empleado para determinar la tenacidad a fractura de materiales metálicos, utilizando para ello correlaciones indirectas o complejas metodologías basadas en modelos de daño y simulaciones por Elementos Finitos.

En este trabajo se desarrolla una metodología para la obtención directa de la tenacidad a fractura a partir de ensayos Small Punch, basada en el empleo de probetas con una entalla lateral. Atendiendo a consideraciones energéticas, se han establecido las bases para la determinación de la curva J- Δa de materiales metálicos mediante el empleo de probetas Small Punch entalladas. Esta metodología ha sido aplicada posteriormente al cálculo de la tenacidad a fractura de un acero naval Grade A y de un acero estructural E690 y los resultados han sido comparados con los obtenidos mediante ensayos de tenacidad normalizados.

PALABRAS CLAVE: Small Punch, probetas entalladas, tenacidad a fractura

ABSTRACT

Small Punch Test, first developed in the early 80's, has been used till now as a tool for estimating mechanical properties, for characterising ductile-brittle transition or for knowing the evolution of all these properties with ageing phenomena as neutron irradiation. This test has even been used in the determination of fracture toughness by means of indirect correlations or complex methodologies based on damage models and Finite Element simulations.

In this paper a direct methodology for the determination of fracture toughness from Small Punch tests is developed, based on the use of specimens with a lateral notch. Attending to energy considerations, the basics for obtaining J- Δa curve by using Small Punch specimens have been established. This methodology has been applied to the calculation of fracture toughness of a ship building Grade A steel, as well as an structural steel E690, and the results have been compared with the ones estimated from conventional tests.

KEYWORDS: Small Punch, notched specimens, fracture toughness

1. INTRODUCCIÓN

En sus más de 30 años de recorrido, el ensayo “Small Punch” (en adelante SP) ha sido empleado con éxito para la estimación de las propiedades de tracción [1,2] así como en la determinación de la temperatura de transición dúctil-frágil de materiales metálicos [3]. Por sus reducidas dimensiones y por su sencillez, esta técnica ha sido aplicada fundamentalmente en el ámbito nuclear, para conocer la evolución de las propiedades de los materiales con la irradiación neutrónica [4,5], y en la caracterización de las propiedades de materiales de estructuras en servicio [6], ya que la extracción de una muestra del tamaño necesario para llevar a cabo este

ensayo generalmente no compromete la integridad del componente.

Existen igualmente desarrollos encaminados a la determinación de la tenacidad a fractura de materiales metálicos a partir de los resultados del ensayo SP. Estas metodologías presentan, sin embargo, el inconveniente de la incertidumbre asociada a correlaciones empíricas en algunos casos [7,8], o de la complejidad inherente a los procesos de simulación por elementos finitos incorporando modelos de daño en otros casos [9,10], lo que sin duda contrarresta algunas de las ventajas comparativas del SP -sencillez y rapidez fundamentalmente-, frente a otras técnicas.

En este trabajo se abre una nueva vía para la determinación de la tenacidad a fractura a través del ensayo SP, basada en el empleo de probetas con una simple entalla lateral practicada mediante electroerosión. Esta configuración de probeta, al tiempo que permite establecer una metodología para la obtención de la curva J- Δa atendiendo a simples consideraciones energéticas, solventa una de las principales deficiencias del ensayo SP convencional, incapaz de caracterizar determinadas orientaciones del material [11].

Dos materiales, un acero ordinario Grade A de construcción naval y un acero estructural E690, han sido caracterizados siguiendo esta nueva técnica y los resultados han sido comparados con los obtenidos según ensayos de tenacidad normalizados.

2. EL ENSAYO “SMALL PUNCH” Y LA TENACIDAD A FRACTURA

El ensayo SP consiste básicamente en punzonar una probeta plana de pequeñas dimensiones, deformándola hasta rotura y registrando durante el ensayo la carga frente al desplazamiento experimentado por el punzón. La figura 1 muestra un esquema del útil empleado para la realización de estos ensayos [11].

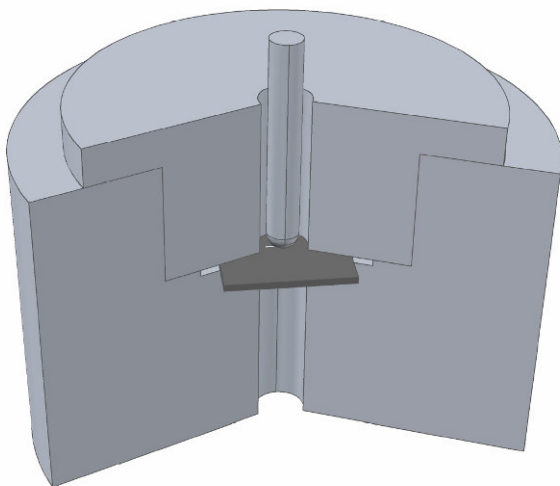


Figura 1. Esquema del dispositivo empleado

Los trabajos existentes hasta la fecha encaminados a la determinación de la tenacidad a fractura a partir del ensayo SP pueden clasificarse en tres grandes grupos: correlaciones empíricas indirectas, aproximaciones analíticas y metodologías basadas en la implementación de modelos de daño en simulaciones por elementos finitos.

-Correlaciones indirectas: se basan fundamentalmente en correlacionar la temperatura de transición dúctil frágil del ensayo SP y la temperatura de transición Charpy y posteriormente emplean las correlaciones existentes en la bibliografía entre esta última temperatura y los valores de tenacidad a fractura [7,8]. Presentan el inconveniente de las incertidumbres asociadas a estas dos correlaciones empíricas, así como

la dificultad existente para alcanzar la temperatura de transición SP, incluso 300 K inferior a la temperatura de transición Charpy [12].

-Aproximaciones analíticas: son metodologías fundamentadas en el uso de expresiones y formulaciones clásicas para el cálculo de la tenacidad a fractura [13,14]. La principal limitación es que dichas formulaciones consideran siempre la presencia de un defecto de características conocidas, que en el caso del ensayo SP convencional no siempre son fáciles de determinar (ej. longitud y crecimiento de fisura).

-Metodologías basadas en modelos de daño y simulaciones por Elementos Finitos: se basan en la determinación de los parámetros de un modelo de daño mediante ensayos SP, para lo cual se precisa la realización física del ensayo y su posterior simulación. Una vez se determinan esos parámetros, es posible simular un ensayo convencional de tenacidad, implementando el modelo de daño [9,10]. Las principales desventajas de esta aproximación son la complejidad -implica la realización y simulación de ensayos SP y la simulación de ensayos de tenacidad-, así como la dificultad para ajustar los numerosos parámetros del modelo de daño.

3. MATERIALES

En este trabajo han sido empleados dos aceros: un acero ordinario de construcción naval Grade A y un acero estructural E690. La tabla 1 resume las principales propiedades mecánicas de estos dos aceros a temperatura ambiente, mientras que en la figura 2 se recogen sus curvas J- Δa obtenidas según el procedimiento convencional [15] correspondientes a la orientación LT, también a temperatura ambiente.

Tabla 1. Propiedades de los materiales empleados

Acero	σ_y (MPa)	σ_u (MPa)	$J_{0.2}$ (KN/m)
Grade A	274	446	143.6
E690	840	915	250.7

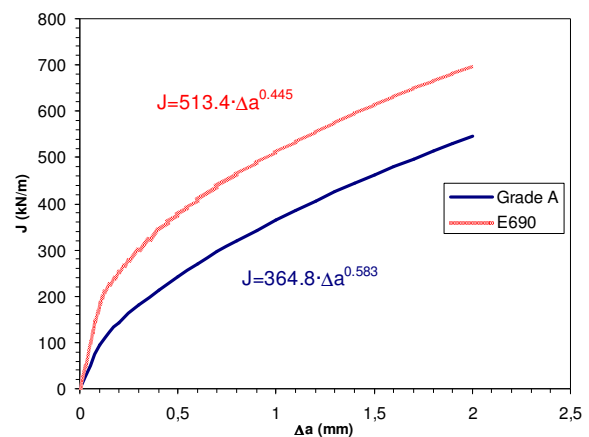


Figura 2. Curvas J- Δa , Grade A y E690

4. METODOLOGÍA EXPERIMENTAL

En este trabajo se propone una alternativa para la determinación de la tenacidad a fractura en condiciones dúctiles mediante el ensayo SP basada en los estándares convencionales para la obtención de las propiedades a fractura de materiales metálicos [15]. La idea fundamental consiste en partir de probetas SP modificadas, a las que, mediante electroerosión por hilo, se las ha practicado una entalla lateral de dimensiones conocidas (figura 3). Esta entalla además de actuar como concentrador de tensiones, facilita el crecimiento de una fisura según la dirección deseada, pudiendo, de esta forma, caracterizar cualquiera de las orientaciones del material y resolviendo así una de las principales carencias del ensayo SP convencional. La entalla presenta, por otra parte, un radio de 0.15 mm, dimensión que en condiciones de ductilidad se halla por debajo del valor que, de modo efectivo, puede asimilarse a una fisura [16].



Figura 3. Probeta SP con entalla lateral

Siguiendo el esquema de la figura 4, que es el empleado en la caracterización convencional de la tenacidad a fractura, y evaluando el área bajo la curva 2 ($a=cte.$) es posible determinar el valor de J asociado al crecimiento de fisura desde a_0 hasta a_f .

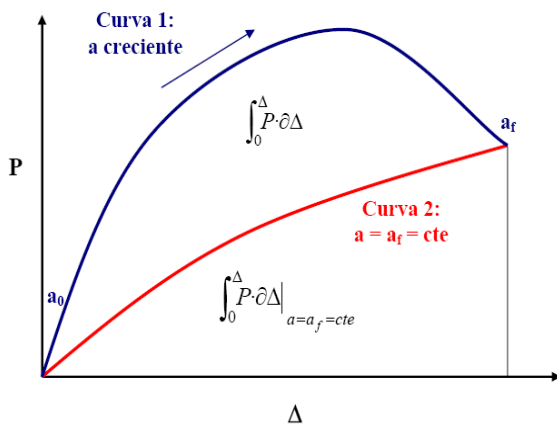


Figura 4. Esquema obtención de J

Trasladando el esquema de la figura 4 a la situación de los ensayos SP, se llegaría la situación plasmada en la figura 5, donde la curva 1 de la figura 4 correspondería a un ensayo SP con una entalla lateral de valor inicial a_0 que en el transcurso del ensayo iría creciendo. Para la determinación del valor de J asociado al crecimiento de fisura es preciso conocer la curva 2 ($a=a_f=cte.$). Con tal fin se llevaron a cabo observaciones sobre la evolución del defecto durante el transcurso de un ensayo SP sobre una probeta entallada de acero Grade A (figura 5). Teniendo en cuenta que el comienzo de la propagación de la grieta se localizó en torno al máximo de la curva SP, la curva 2 de la figura 4 ($a=a_f=cte.$), podrá aproximarse, hasta su máximo, por una curva experimental SP de una probeta con entalla inicial de valor a_f . Para la determinación del tramo restante de la curva 2, bastaría con unir la región del máximo con el punto de la curva 1 en el que $a=a_f$. No obstante, desde el punto de vista práctico, no se han observado diferencias significativas en los resultados si se prolonga dicha curva mediante una recta horizontal trazada desde el máximo (figura 5).

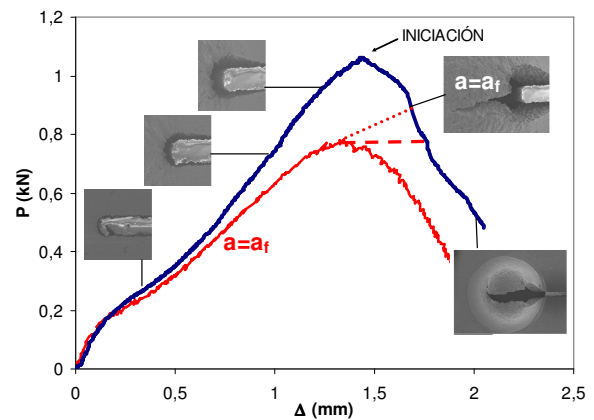


Figura 5. Curva $a=cte$ a partir de ensayos SP

De esta forma, y realizando ensayos con distintas longitudes iniciales de entalla es posible obtener una colección de valores energéticos relacionados con distintos crecimientos de grieta, y aplicando la ecuación (1) [15], se obtendrían los correspondientes valores de J .

$$J = \frac{\eta U}{Bb} \quad (1)$$

siendo, η un factor dependiente exclusivamente de la geometría, U la energía bajo la curva 2 (figura 4), B el espesor de la probeta y b el ligamento remanente.

En esencia, el procedimiento propuesto, análogo al convencional multi-probeta descrito en [15], consiste realizar un ensayo SP sobre una probeta con valor inicial de entalla a_0 y determinar varias curvas $a=cte$ mediante el ensayo de probetas SP con una entalla inicial de valor $a > a_0$.

5. ANÁLISIS DE RESULTADOS

De acuerdo con la metodología descrita en el apartado anterior, fueron caracterizados los dos aceros indicados en el apartado 3. Para ello se mecanizaron en cada caso 5 probetas SP de dimensiones 10x10x0.5 mm según el plano LT [17], y se materializó en cada una de ellas una entalla siguiendo la dirección T, de modo que al final la orientación caracterizada fuese la LT. La figura 6 y la figura 7 muestran las probetas antes de ser ensayadas mientras que en las tablas 2 y 3 se indican las longitudes iniciales de entalla presentes en cada probeta.



Figura 6. Probetas SP entalladas, Grade A

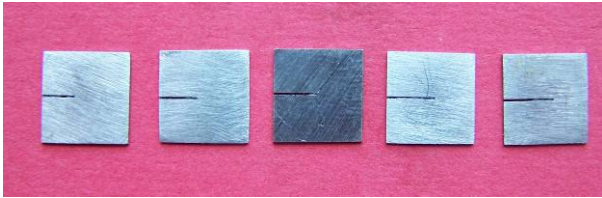


Figura 7. Probetas SP entalladas, E690

Tabla 2. Longitudes de entalla, Grade A

Probeta	a_0 (mm)
GradeA-1	3.88
GradeA-2	4.25
GradeA-3	4.89
GradeA-4	5.21
GradeA-5	5.98

Tabla 3. Longitudes de entalla, E690

Probeta	a_0 (mm)
E690-1	3.84
E690-2	4.29
E690-3	4.86
E690-4	5.45
E690-5	5.91

Posteriormente todas estas probetas fueron ensayadas con velocidad de desplazamiento del punzón constante e igual a 0.01 mm/seg y las curvas obtenidas son las que se observan en la figura 8 y en la figura 9.

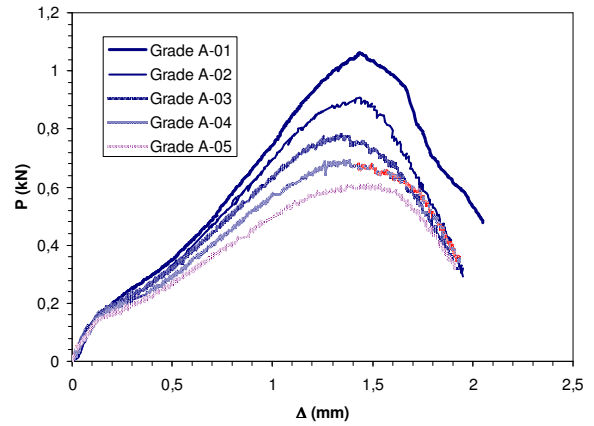


Figura 8. Curvas SP, probetas entalladas, Grade A

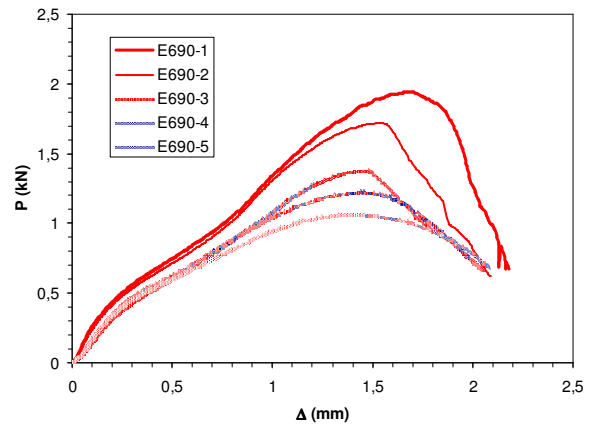


Figura 9. Curvas SP, probetas entalladas, E690

Partiendo de las curvas experimentales de la figura 8 y de la figura 9, es posible aproximar las curvas $a=cte$ de acuerdo con la metodología previamente propuesta. De esta forma, para cada uno de los dos materiales se ha tomado como ensayo de referencia para la obtención de la curva $J-\Delta a$ aquél con una longitud inicial de fisura menor, mientras que el resto han sido empleados para la determinación de las curvas $a=cte$ (figuras 10 y 11)

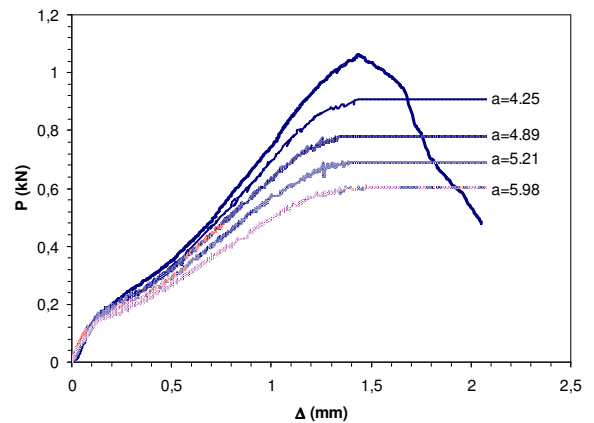


Figura 10. Curvas SP $a=cte$, Grade A

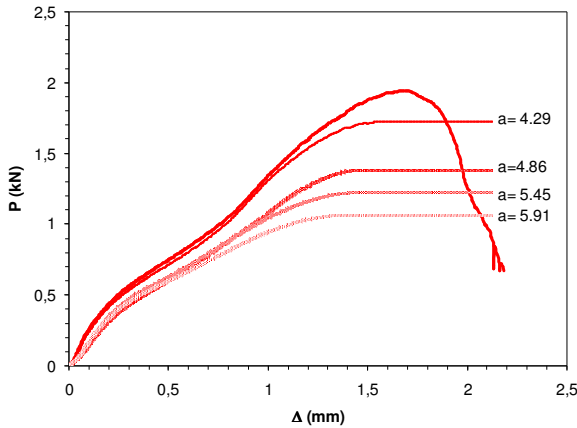


Figura 11. Curvas SP $a=cte$, E690

Determinando en cada caso el área contenida bajo las curvas $a=cte$, de modo análogo a lo reflejado por la figura 4, se obtiene la energía asociada a cada crecimiento de grieta. Estos valores han sido expresados en términos de J según la expresión (2).

$$J = \frac{C \cdot U}{B \cdot b} \quad (2)$$

donde el coeficiente C (3), ha sido ajustado experimentalmente y engloba al factor η y al porcentaje de energía consumido en deformar otras zonas de la probeta no asociadas al crecimiento de grieta, por lo que resulta función, además de del tamaño de fisura, de la tensión de flujo del material, que puede definirse como la media entre el límite elástico y la tensión de rotura.

$$C = 0.12 + \frac{58(a - 3.0)}{\sigma_Y} \quad (3)$$

En (3), σ_Y representa la tensión de flujo, en MPa, mientras que el término $(a-3.0)$ representa la longitud efectiva de fisura en mm (resultante de restar a longitud total de fisura aquél tramo que permanece amordazado entre las matrices del utillaje empleado).

Por otro lado, el valor de J de iniciación, de modo análogo al resto, puede ser obtenido estimando el área contenida bajo la curva de ensayo hasta el punto identificado precisamente con la iniciación (figura 5) y aplicando de nuevo la relación (2). Por analogía con los estándares convencionales [15] a este valor se le hizo corresponder un crecimiento de grieta de 0.2 mm.

Las tablas 4 y 5 resumen los resultados obtenidos para cada material y valor de crecimiento de entalla contemplado, mientras que en la figura 12 y figura 13 se han representado las curvas $J-\Delta a$ calculadas según el procedimiento convencional y según la metodología desarrollada en este trabajo, quedando de manifiesto el buen comportamiento de la aproximación propuesta. En la representación se ha prescindido en ambos casos del

valor correspondiente al crecimiento más alto de fisura, ya que, debido a los efectos de borde, los resultados obtenidos no pueden considerarse significativos. Por ello, en futuros trabajos, se recomienda limitar la longitud inicial de fisura a valores por debajo de 5.5 mm.

Tabla 4. Resultados J , Grade A

Δa (mm)	J (KN/m)
0.20	159.0
0.37	219.7
1.01	362.1
1.33	446.8
2.10	953.1

Tabla 5. Resultados J , E690

Δa (mm)	J (KN/m)
0.20	244.1
0.50	329.5
1.00	501.0
1.50	664.4
2.00	960.8

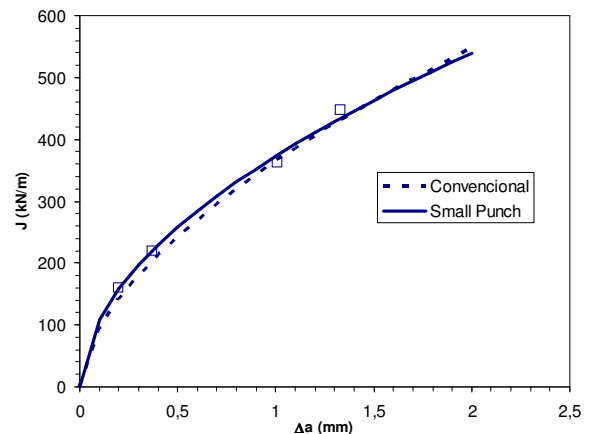


Figura 12. Curvas $J-\Delta a$, Grade A

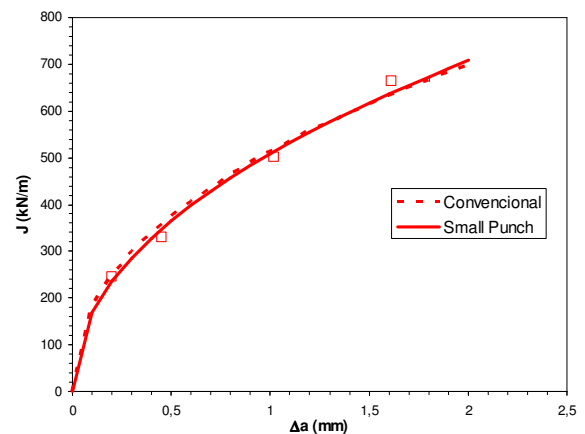


Figura 13. Curvas $J-\Delta a$, E690

6. CONCLUSIONES

En este trabajo una nueva metodología para la determinación de la tenacidad a fractura en condiciones dúctiles mediante el ensayo SP ha sido desarrollada. Dicha aproximación, análoga a la técnica multi-probeta recogida en las normas convencionales para la determinación de la tenacidad [15], se basa en la realización de ensayos SP sobre probetas con una entalla lateral mecanizada mediante electroerosión. Realizando ensayos sobre probetas con distintas longitudes de entalla es posible determinar la energía asociada a distintos crecimientos del defecto y de esa manera definir la curva J-Aa del material.

Este procedimiento ha sido validado mediante la caracterización de dos aceros, un acero naval Grade A y un acero estructural E690, habiéndose obtenido resultados plenamente consistentes con aquéllos derivados de ensayos de tenacidad convencionales.

La metodología propuesta, además de superar los inconvenientes de las aproximaciones existentes para la estimación de la tenacidad a través de ensayos de tipo SP, conserva la esencia y simplicidad del ensayo sin entalla y solventa una de las principales carencias del ensayo SP convencional como era la dificultad para caracterizar determinadas orientaciones del material, en particular las de mayor capacidad resistente [11].

AGRADECIMIENTOS

Los autores de este trabajo quieren agradecer al MEC la financiación al proyecto MAT-2004-06992-C02-02: "Estudio y validación del ensayo Small Punch para la obtención de las propiedades de fractura de materiales metálicos", de cuyos resultados se deriva este artículo.

REFERENCIAS

- [1] J.S.Ha, E. Fleury, "Small Punch test to estimate the mechanical properties of steels for steam power plant: I Mechanical Strength", *Internacional Journal of Pressure Vessels and Piping*, vol 75, 1998, pp. 699-706.
- [2] M. Eskner, R. Sandstrom, "Mechanical property using the small punch test", *Journal of Testing and Evaluation*, vol 32, N° 4, January 1995, pp. 282-289.
- [3] M.L. Saucedo-Muñoz, T. Matsushita, T. Hashida, T. Shoji, H. Takahasi, "Development of a Multiple Linear Regression Model to Estimate the Ductile-Brittle Transition Temperatura of Ferritic Low-Alloy Steels Based on the Relationship Between Small Punch and Charpy V-Notch Tests", *Journal of Testing and Evaluation*, Vol 28, No. 5, September 2000, pp. 352-358.
- [4] M-C.Kim, Y.J.Oh, B.S.Lee, "Evaluation of ductile-brittle transition temperature before and after neutron irradiation for RPV steels using Small Punch tests" *Nuclear Engineering and Design* 235, 2005, pp. 1799-1805.
- [5] D. Finarelli, M. Roedig, F. Carsughi, "Small Punch Tests on Austenitic and Martensitic Steels Irradiated in a Spallation Environment with 530 MeV Protons", *Journal of Nuclear Materials* 328, 2004, pp. 146-150.
- [6] J.R. Foulds, R. Viswanathan, "Small Punch testing for Determining the Material Toughness of Low Alloy Steel Components in Service", *Journal of Engineering Materials and Technology*, 1994, pp. 457-464.
- [7] A. Shekhtel, A.B. Croker, A.K. Hellier, "Towards the correlation of fracture toughness in an exservice power generator rotor", *International Journal of Pressure Vessels and Piping*, vol 77, 2000, pp. 113-116.
- [8] J.H. Bulloch, "Toughness Losses in Low Alloy Steels at High Temperatures: An Appraisal of Certain Factors Concerning the Small Punch Test", *International Journal of Pressure Vessels and Piping* 75, 1998, pp. 791-804.
- [9] M. Abendroth, M. Kuna, "Identification of Ductile Damage and Fracture Parameters from the Small Punch Test using Neural Networks", *Engineering Fracture Mechanics* 73, 2006, pp. 710-725.
- [10] Y-S. Chang, J-M. Kim, J-B. Choi, Y-J. Kim, M-C. Kim, B-S. Lee, "Derivation of Ductile Fracture Resistance by Use of Small Punch Specimens", *Engineering Fracture Mechanics*, Article in Press.
- [11] R. Lacalle, J.A. Álvarez, F. Gutiérrez-Solana, "Análisis de Aspectos Fundamentales para la Interpretación de los Resultados del Ensayo Small Punch", *Anales de Mecánica de la Fractura* 24, 2007, pp. 515-520.
- [12] M.A. Contreras, C. Rodríguez, F.J. Belzunce, C. Betegón, "Uso del Ensayo Miniatura de Punzonado en la Evaluación de la Transición Dúctil-Frágil de Aceros Estructurales", *Anales de Mecánica de la Fractura* 24, 2007, pp. 521-526.
- [13] J.S.Ha, E. Fleury, "Small Punch test to estimate the mechanical properties of steels for steam power plant: II Fracture Toughness", *Internacional Journal of Pressure Vessels and Piping*, vol 75, 1998, pp. 707-713.
- [14] J-B. Ju, J-I. Jang, D. Kwon, "Evaluation of Fracture Toughness by Small-Punch Testing Techniques using Sharp Notched Specimens", *International Journal of Pressure Vessels and Piping* 80, 2003, pp. 221-228.
- [15] ESIS P2-92, "ESIS Procedure for Determining the Fracture Behaviour of Materials", European Structural Integrity Society, ESIS, 1992.
- [16] O.Akourri, M.Louah, A. Kifani, G. Gilgert, G. Pluvinaige, "The Effect of Notch Radius on Fracture Toughness J_{Ic} ", *Engineering Fracture Mechanics* 65, 2000, p. 491-505.
- [17] ASTM E399-97, "Standard Test Method for Plain-Strain Fracture Toughness of Metallic Materials", Annual Book of ASTM Standards, Vol 03.01.

MEDIDA DE LA TENACIDAD DE FRACTURA DINÁMICA DE UN ACERO DE BLINDAJE DE ALTA RESISTENCIA

F. Gálvez, D. Cendón, A. Enfedaque y V. Sánchez-Gálvez

E.T.S. de Ingenieros de Caminos, Canales y Puertos, Universidad Politécnica de Madrid,
c/ Profesor Aranguren s/n, 28040 Madrid, España.

E-mail: fgalvez@mater.upm.es

Tfno: 913 36 66 83 Fax: 913 36 66 80

RESUMEN

En el presente trabajo se resumen resultados preliminares de la investigación que se lleva a cabo para determinar el comportamiento a fractura en condiciones estáticas y dinámicas del acero de blindajes de alta resistencia Armox500T. Para el presente estudio se prepararon probetas de flexión en tres puntos entalladas, que se fisuraron a fatiga. Posteriormente, se ensayaron a flexión hasta rotura en una máquina de ensayos mecánicos para obtener la tenacidad de fractura estática K_{IC} . Para obtener la tenacidad de fractura en condiciones dinámicas, se empleó una barra Hopkinson modificada para poder realizar ensayos de flexión en tres puntos. En este dispositivo se obtuvieron los registros de desplazamiento y velocidad, así como el instante de rotura mediante sensores de detección de fisuras pegados sobre las probetas. A continuación se realizó una simulación numérica del ensayo, utilizando el código LS DYNA para analizar el estado de tensiones y deformaciones en torno a la fisura en función del tiempo. A partir de los resultados de la simulación numérica se obtuvo la historia del factor de intensidad de tensiones dinámico en función del tiempo. Utilizando el dato del tiempo de rotura del sensor, el valor de la tenacidad de fractura deducido era poco realista. En consecuencia, se decidió utilizar un método numérico para deducir el tiempo de propagación de la fisura, por comparación con los datos experimentales de velocidades en la barra transmisora. Así fue posible obtener la tenacidad de fractura dinámica K_{Id}^C . Se comprueba que para este acero de alta resistencia, los resultados de la tenacidad de fractura en condiciones estáticas y dinámicas obtenidos (K_{IC} y K_{Id}^C) son similares.

ABSTRACT

This paper summarizes the preliminary results of a research being carried out to determine fracture behaviour both in static and dynamic conditions of high strength armour steel Armox500T. For this investigation, notched specimens were cut to be tested in three-point bending test. Specimens were precracked by flexural fatigue. Thereafter some specimens were tested in bending up to rupture to determine the static fracture toughness K_{IC} . To obtain fracture toughness in dynamic conditions, a split Hopkinson bar modified to perform three-point bending tests was used. In this set up, displacements and velocities of the specimen were measured as well as the rupture time by means of fracture detection sensors, glued to the specimens. After that, a numerical simulation of the test was performed by using LS DYNA hydrocode, obtaining stresses and strains histories around the crack tip. From these results, the stress intensity factor history was derived. By using the rupture time, measured by the sensor, the value of the fracture toughness computed was unrealistic. Therefore, it was decided the use of a numerical procedure to obtain the rupture time, by comparing experimental results of velocities at the transmission bar with numerical results obtained with several rupture times. With this procedure, it was possible the computation of dynamic fracture toughness. It can be observed that fracture toughness of this steel under static and dynamic conditions is quite similar.

PALABRAS CLAVE: Alta velocidad de deformación, Tenacidad de Fractura Dinámica, Acero de Blindajes.

1. INTRODUCCIÓN

A la hora de elegir o estudiar el comportamiento mecánico de un material en aplicaciones en las que la velocidad de deformación es elevada, en ocasiones nos encontramos con que no están disponibles las propiedades mecánicas en ese régimen. Ese es el caso de los aceros de blindaje de alta resistencia, en los que su aplicación fundamental es la de proteger vehículos o instalaciones frente a proyectiles, fragmentos, u ondas de presión como resultado de explosiones. En este caso, es fundamental conocer el comportamiento del material

en esas condiciones de trabajo. Actualmente, cuando no se dispone de datos del comportamiento del material a alta velocidad de deformación suelen emplearse las propiedades medidas en régimen estático, lo cual es incorrecto y puede llevar a errores en el diseño. Es un hecho conocido que las ecuaciones constitutivas y el criterio de rotura dependen de la velocidad de deformación, y existen numerosos estudios experimentales que lo demuestran. Sin embargo, el estudio de la fractura a alta velocidad de deformación es un campo en el que aún falta mucho camino por recorrer.

La medida de la tenacidad de fractura en régimen estático (K_{IC}), está bien establecida mediante diversas normas y recomendaciones, sin embargo cuando se trata de la medida de la tenacidad de fractura en régimen dinámico (K_{Id}^C) el caso es totalmente opuesto.

La medida del factor de intensidad de tensiones en régimen dinámico es bastante compleja, pues han de incluirse los efectos de inercia y el tiempo, ya que la probeta no se encuentra en equilibrio. En la actualidad se han propuesto diversos métodos [1,2], la mayoría basados en la medida del factor de intensidad de tensiones con el tiempo, junto con la determinación del instante de rotura, para obtener así la tenacidad de fractura en régimen dinámico. Prácticamente todos ellos se basan en obtener la historia del factor de intensidad de tensiones mediante simulaciones numéricas, junto con la medida experimental del instante de rotura. En la práctica se demuestra que obtener el instante de rotura es crítico para la correcta medida de la tenacidad de fractura dinámica.

En este trabajo se analiza uno de estos métodos y su viabilidad a la hora de emplear este procedimiento de medida de la tenacidad de fractura dinámica para el caso de aceros de blindaje de alta resistencia.

2. MATERIAL DE ENSAYO Y PROBETAS

El material seleccionado ha sido el acero ARMOX 500T fabricado por la empresa sueca SSAB Oxelösund AB. Se ha elegido este acero para la investigación por ser ampliamente utilizado para el blindaje de vehículos, aplicación en la que debe soportar cargas a altas velocidades de deformación y por tanto el conocimiento de la tenacidad de fractura dinámica es de gran importancia. Las propiedades mecánicas suministradas por el fabricante [3] se muestran en la Tabla 1, y sus ecuaciones constitutivas y criterio de rotura se han obtenido recientemente [4].

Para la realización de los ensayos, se eligió la configuración de flexión en tres puntos con probetas tipo Charpy. Las dimensiones se muestran en la Figura 1. Todas las probetas se prefisuraron por fatiga. Para ello se siguieron las recomendaciones fijadas en la norma ASTM E399 [5]. El proceso de fatiga se llevó a cabo en una máquina servohidráulica INSTRON 1275. Para monitorizar el crecimiento de la fisura se empleó un telescopio Questar y una cámara de video enfocada sobre la probeta. Todas las probetas se fatigaron hasta que la fisura tuvo al menos 1.5mm de profundidad.

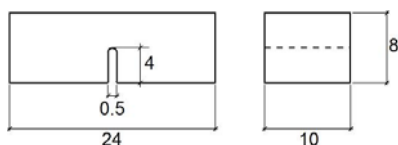


Figura 1. Geometría de las probetas (en mm).

Tabla 1. Propiedades mecánicas del acero Armox500T

Módulo de Elasticidad E	207 GPa
Coefficiente de Poisson	0.3
Densidad	7850 Kg/m ³
Límite elástico	1250 MPa
Tensión de rotura	1450 - 1750 MPa
Elongación	8% - 10%
Dureza	480 - 540 HB
Velocidad del sonido	5135 m/s

3. ENSAYOS DE FRACTURA ESTÁTICA.

Se llevaron a cabo ensayos estáticos de fractura en flexión en tres puntos según la norma ASTM E399 [5]. Los ensayos se realizaron en una máquina servohidráulica INSTRON 1275 con control de desplazamiento a una velocidad de 0.1 mm/min. La carga aplicada se midió con una célula de carga de 25kN con un error menor de 25N. Se realizaron varios ensayos en las mismas condiciones para tener valores medios. La tenacidad de fractura estática medida fue de 85 MPa·m^{1/2}.

4. ENSAYOS DE FRACTURA DINÁMICA

Los ensayos a altas velocidades de deformación se llevaron a cabo mediante la técnica experimental de la barra de Hopkinson, mostrada en la Figura 2. Su funcionamiento se basa en dos barras largas entre las que se coloca la probeta a ensayar. La carga se introduce sobre una de las barras haciendo impactar una tercera barra a modo de proyectil, propulsada por un cañón de aire comprimido. Esta técnica, ampliamente extendida, permite determinar la historia de cargas y desplazamientos aplicados a ambos extremos de la probeta mediante la información proporcionada por las deformaciones en las barras. Las dos barras están instrumentadas en su punto medio mediante bandas extensométricas que son las encargadas de medir las deformaciones que sufren. Estas deformaciones en las barras corresponden a la onda incidente ε_I y la onda reflejada, ε_R sobre la primera barra y a la onda transmitida ε_T sobre la segunda.

En el presente trabajo, la probeta empleada fue de flexión en tres puntos, colocada según se muestra en la Figura 2. Para ajustarla a la geometría de las barras del dispositivo experimental fue necesario fabricar unos soportes que permitieran alojar tres rodillos de acero de alta resistencia de 4 mm de diámetro. En la Figura 3 se muestra un detalle del montaje de la probeta en la barra Hopkinson, en la que se aprecian las barras, los soportes para los rodillos, los rodillos y la probeta. La probeta fue instrumentada con un sensor de detección de propagación de fisuras "Vishay CDA-02-10A" para tratar de determinar el instante de propagación de la fisura y el tiempo de rotura.

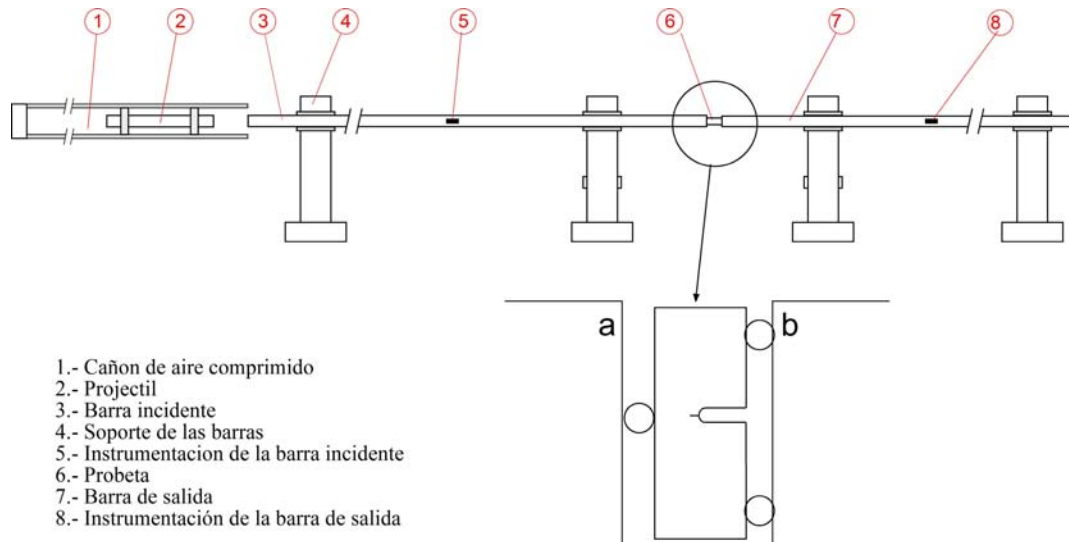


Figura 2. Esquema del ensayo en la barra Hopkinson.

El ensayo en la barra Hopkinson se basa en la teoría de la propagación unidimensional de ondas elásticas en barras. Mediante dicha teoría y a través de las tres señales medidas en las barras es posible determinar cargas y desplazamientos aplicados a la probeta. Los registros obtenidos en un ensayo se muestran en la Figura 4. Las medidas de la primera barra (ch1) permiten obtener las ondas incidente y reflejada, las de la segunda barra (ch2) la onda transmitida, y se empleó un tercer canal (ch3) para tratar de medir el instante de rotura de la probeta. Es importante hacer notar que la probeta durante el ensayo no necesariamente se encuentra en equilibrio. Sin embargo es fácil determinar las fuerzas aplicadas a la probeta en sus extremos mediante las siguientes expresiones [6]:

$$F_a = AE(\varepsilon_I + \varepsilon_R) \quad (1)$$

$$F_b = AE\varepsilon_T \quad (2)$$

donde A y E son la sección y el módulo de elasticidad de las barras y las variables ε_I , ε_R y ε_T son las historias de las deformaciones correspondientes a la onda incidente, reflejada y transmitida. Las señales recogidas permiten además obtener las velocidades con las que se mueven los extremos de las barras en contacto con la probeta (ecuaciones 3 y 4):

$$v_a = c(\varepsilon_I - \varepsilon_R) \quad (3)$$

$$v_b = c\varepsilon_T \quad (4)$$

donde c representa la velocidad de propagación de las ondas en las barras. En la Figura 5 se muestran las velocidades de los extremos de las barras y el instante de propagación de la fisura medido mediante el sensor de rotura. En ella se aprecia que es necesario un tiempo de unos 30 microsegundos desde que comienza a cargarse el primer apoyo de la probeta hasta que el otro extremo de ésta comienza a moverse, por lo que se concluye que no existe equilibrio en la probeta.

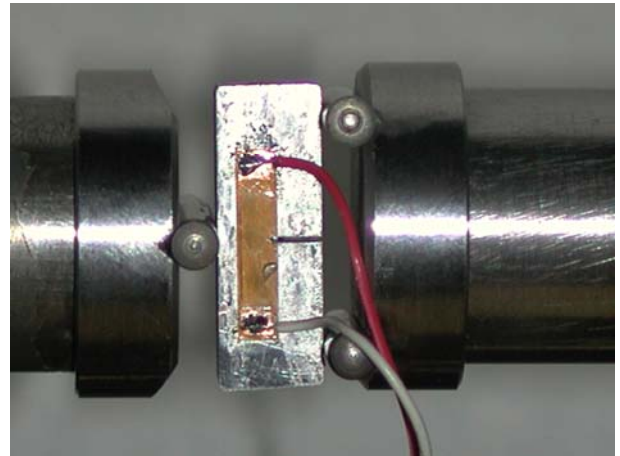


Figura 3. Montaje de la probeta en la barra Hopkinson.

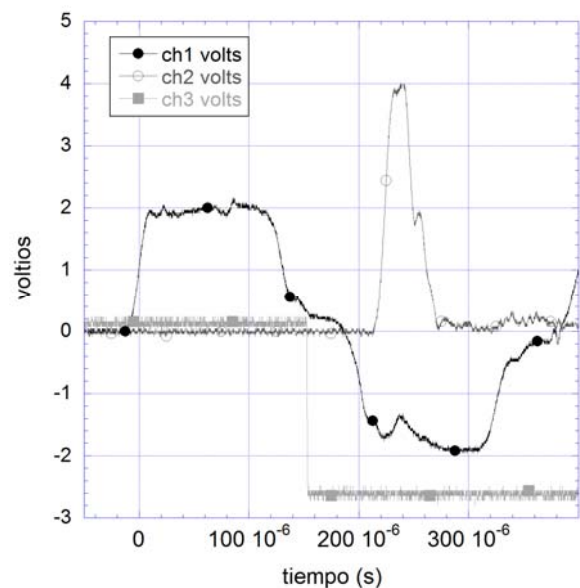


Figura 4. Registros obtenidos en la barra Hopkinson.

El ensayo en barra Hopkinson se complementó con una cámara de fotografía ultrarrápida para fotografiar el instante de rotura. La señal de disparo se tomó directamente de la señal procedente del sensor de detección de propagación de la fisura, activándose las cámaras en ese preciso instante, y proporcionando la imagen del estado de la probeta que corresponde con el instante en el cual el sensor de detección de fisuras se rompe. Dicha imagen se muestra en la Figura 6, y en ella se observa que la fisura ya está bastante abierta. Esto hizo sospechar que pudiera haber un cierto retraso entre el instante de propagación de la fisura y el instante de rotura del sensor, lo que invalidaría la medida del sensor como el instante en el que la probeta se fisura. Además, el examen de los sensores tras la realización del ensayo mostraba que el punto de rotura del sensor no coincide exactamente con la posición de la fisura. Estas observaciones ponen en duda la validez de la medida procedente del sensor.

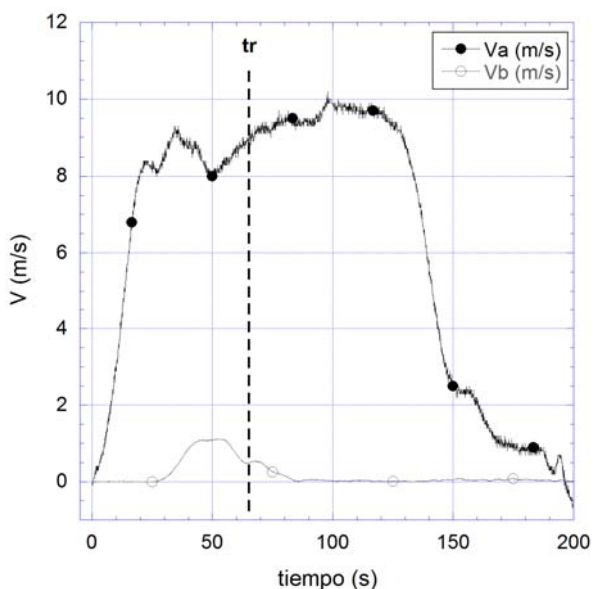


Figura 5. Velocidades de los extremos de las barras en contacto con la probeta e instante de rotura del sensor.

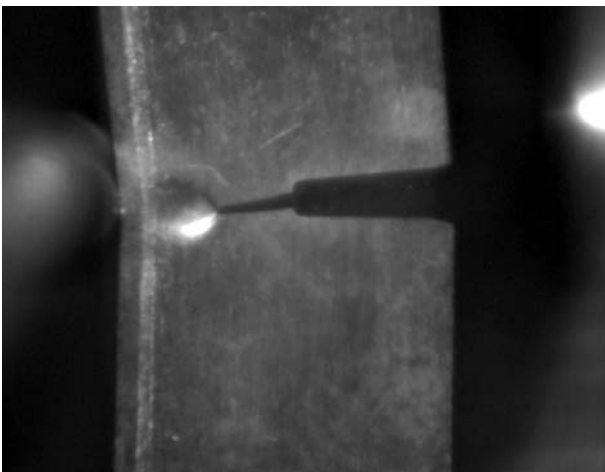


Figura 6. Imagen del instante de rotura del sensor.

5. SIMULACIONES NUMÉRICAS. MEDIDA DE LA TENACIDAD

A diferencia de lo que ocurre en un ensayo en régimen estático, puesto que la probeta no se encuentra en equilibrio durante el ensayo, no existe una relación directa entre los desplazamientos aplicados en los apoyos de la probeta y el factor de intensidad de tensiones, ya que el tiempo juega un papel fundamental. Así, para conocer la relación entre la historia de desplazamientos aplicados en los apoyos de la probeta y el factor de intensidad de tensiones en la punta de la fisura, se realizaron simulaciones explícitas mediante el programa LS-DYNA [7].

Las simulaciones se realizaron en 2D, mallando media probeta (Figura 7) y asumiendo condiciones de deformación plana. Para conseguir la mayor precisión posible, también se incluyeron los rodillos de apoyo en las simulaciones. Como condición de contorno se impuso en la velocidad de la barra incidente medida experimentalmente en cada ensayo en la barra Hopkinson (v_a en la Figura 5). Para calcular el factor de intensidad de tensiones, se utilizó el método de los desplazamientos nodales alrededor de la punta de la fisura [8], empleando para ello una malla altamente refinada en la punta de la fisura (Figura 8), con un tamaño medio de elemento en la punta de fisura de $a/1000$, siendo a el tamaño de la fisura. También se midió la velocidad de los apoyos en contacto con la segunda barra o barra de salida.

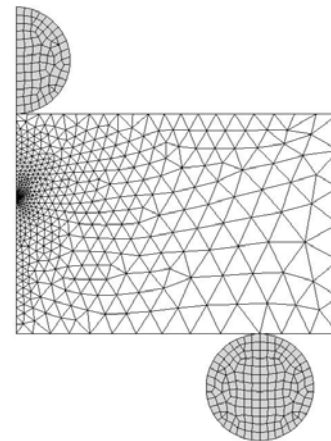


Figura 7. Malla para la simulación numérica

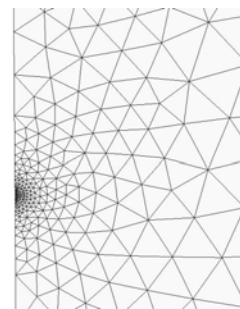


Figura 8. Malla refinada en la punta de fisura.

Mediante el citado método de los desplazamientos nodales [8], la historia del factor de intensidad de tensiones puede obtenerse a partir de las historias de desplazamientos normales al plano de fisura de dos nodos a y b situados en la región próxima a la punta, mediante la ecuación 5:

$$K_I(t) = \frac{E\sqrt{2\pi}}{(1+\nu)(\kappa+1)} \frac{u_a(t)\sqrt{r_b^3} - u_b(t)\sqrt{r_a^3}}{\sqrt{r_b^3 r_a} - \sqrt{r_a^3 r_b}} \quad [5]$$

Siendo $K_I(t)$ la historia del factor de intensidad de tensiones, E el módulo de elasticidad, ν el coeficiente de Poisson, $u_a(t)$ y $u_b(t)$ las historias de desplazamientos normales a la fisura de los nodos a y b respectivamente, y r_a y r_b sus respectivas distancias a la punta de la fisura. El parámetro elástico κ vale $(3-4\nu)$ en caso de deformación plana, y $(3-\nu)/(1+\nu)$ en caso de tensión plana.

La Figura 9 muestra un ejemplo de los resultados proporcionados por la simulación numérica, mostrándose la curva del factor de intensidad de tensiones en función del tiempo $K_{Id}(t)$. Empleando el dato experimental del tiempo en el que se inicia la propagación de la fisura, sería posible determinar la tenacidad de fractura dinámica K_{Id}^C .

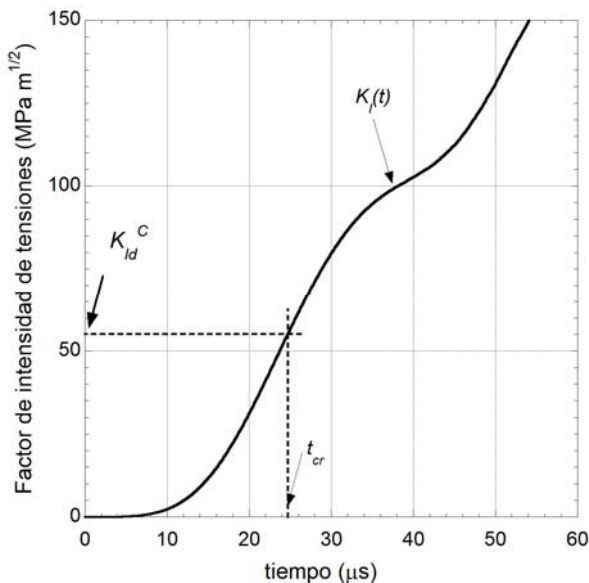


Figura 9. Historia del factor de intensidad de tensiones.

Tabla 2. Tenacidades dinámicas e instantes de rotura medidos a partir de la rotura del filamento.

Probeta	K_{Id}^C (MPa m ^{1/2})	t_{rot} (μs)
P4	198,4	65
P6	138,6	68
P7	177,5	64

6. DISCUSIÓN DE RESULTADOS

Mediante la técnica mixta experimental-numérica descrita, se obtuvieron las medidas de la tenacidad de fractura dinámica K_{Id}^C para tres probetas a partir de los tiempos de rotura medidos con el sensor de propagación de fisuras. Los valores de tenacidad de fractura dinámica K_{Id}^C obtenidos, así como los tiempos de rotura, figuran en la Tabla 2.

Evidentemente, se trata de valores de la tenacidad de fractura excesivamente altos si tenemos en cuenta que en condiciones estáticas la tenacidad de fractura del acero Armox500T es de 85 MPa m^{1/2}. Habida cuenta del procedimiento de medida descrito, se llegó a la conclusión que el motivo de valores tan altos puede deberse a que la señal del sensor no se produce en el instante de fisuración de la probeta, sino bastante más tarde. Por ello se descartó la señal del sensor como medida válida del instante de propagación de la grieta.

Para obtener una medida más realista, se realizó un análisis en profundidad de las curvas de velocidad de los apoyos de la probeta obtenidos en la barra Hopkinson (Figura 5). En dichas curvas, la velocidad de los apoyos de la probeta en contacto con la barra de salida (v_b) viene determinada por la forma en que se propagan las tensiones a través de la propia probeta. Suponiendo por un momento que la probeta fuese infinitamente rígida, la velocidad v_b debería alcanzar los mismos valores máximos que la velocidad incidente v_a . Por el contrario, si no existiese probeta, la velocidad v_b se mantendría nula independientemente del valor máximo de v_a . Es fácil comprender que la velocidad v_b depende del comportamiento y modo de rotura de la probeta. Cuando el factor de intensidad de tensiones se hace crítico, la fisura se propaga y la probeta se rompe, limitando esta rotura la capacidad de la misma para transmitir la velocidad de v_a hacia v_b , por lo que el valor máximo de la velocidad registrado en v_b (Figura 5) vendrá determinado por el instante de propagación de la fisura.

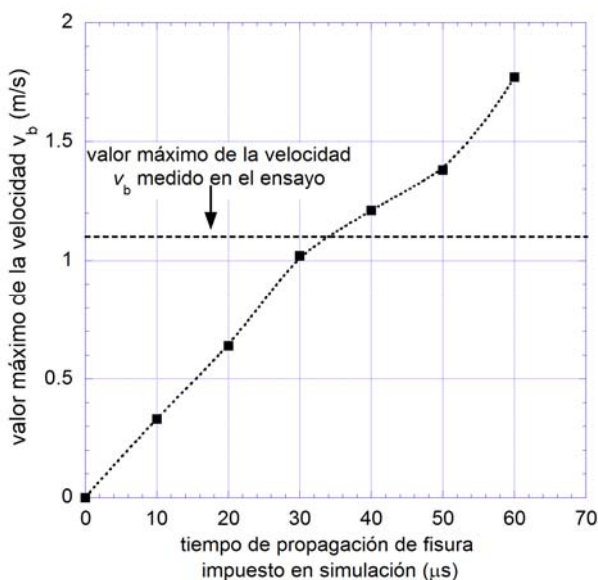
Para comprobar este razonamiento y obtener de paso el tiempo de propagación de fisura, se repitieron las simulaciones, pero introduciendo la propagación de la fisura en distintos instantes de tiempo, barriendo un intervalo desde 10 hasta 50 microsegundos. La propagación de la fisura se introdujo de forma simplificada, liberando la condición de simetría en los nodos del ligamento en éste instante de tiempo t_{cr} . En las simulaciones se introdujeron las velocidades del punto de aplicación de carga v_a medidas en los ensayos, obteniendo las velocidades v_b como resultado de la simulación. La Figura 10 muestra los máximos de las velocidades transmitidas v_b simulados para distintos instantes de propagación t_{cr} . En dicha figura también se muestra el máximo de la velocidad v_b que se registró experimentalmente. Mediante este método se obtuvo el tiempo de propagación de fisura como aquel valor de t_{cr}

que iguala la velocidad de salida obtenida en la simulación con la medida experimentalmente.

Utilizando este procedimiento en lugar del tiempo proporcionado por la rotura del sensor, se obtuvieron los tiempos de propagación de fisura y por tanto de rotura. Con este valor y empleando la historia del factor de intensidad de tensiones (Figura 9) se obtuvo el valor de la tenacidad de fractura dinámica K_{Id}^C , cuyos valores se muestran en la Tabla 3.

Tabla 3. Tenacidades dinámicas e instantes de rotura medidos a partir de las simulaciones numéricas.

Probeta	K_{Id}^C (MPa m ^{1/2})	t_{rot} (μs)
P4	80,3	30
P6	74,0	38
P7	92,4	34



7. CONCLUSIONES

De esta forma, las conclusiones principales son las que se señalan a continuación:

- La técnica mixta experimental-numérica descrita para medir la tenacidad dinámica de fractura K_{Id}^C , constituye un método muy prometedor. No obstante, algunos aspectos deben ser analizados con cautela.
- El uso de sensores de propagación de fisuras adheridos a la probeta como método para obtener el instante de propagación de fisura, no resulta fiable tal y como se ha demostrado en este trabajo.
- El análisis de la onda transmitida en la barra Hopkinson junto con el análisis numérico,

proporcionan tiempos más fiables de propagación de fisura.

- Sería de gran ayuda el empleo de algún otro método capaz de medir el tiempo de propagación de la fisura con mayor precisión. Un método para registrar el instante de propagación de fisura con mayor precisión es el empleo de un sistema de adquisición de imágenes a alta velocidad mediante cámaras de fotografía o video. Dicha técnica está siendo estudiada por estos mismos autores en la actualidad.
- Se ha comprobado que para este acero de alta resistencia, los resultados de la tenacidad de fractura en condiciones estáticas y dinámicas obtenidos (K_{IC} y K_{Id}^C) son similares.

AGRADECIMIENTOS

Los autores desean agradecer al Ministerio de Educación y Ciencia la financiación del proyecto a través del programa CONSOLIDER INGENIO 2010.

REFERENCIAS

- [1] Rittel, D., Maigre, H., Bui, H. D., "A new method for dynamic fracture toughness testing", *Scripta Metallurgica et Materialia*, 26, 1593-1598, 1992.
- [2] Weisbrod, G. and Rittel, D. "A method for dynamic fracture toughness determination using short beams", *International Journal of Fracture*, 104, 89-103, 2000.
- [3] Armox 500T Datasheet, SSAB Oxelösund AB, 2007.
- [4] Skoglund, Nilsson, M. and Tjernberg, A. "Fracture modelling of a high performance armour steel", *J. of Phys. IV France*, 134, 197-202, 2006.
- [5] ASTM E399, 1993.
- [6] J.A. Zukas, T. Nicholas, N.F. Shift, L.B. Gresczuk, D.R. Curran. *Impact Dynamics*. Ed. John Wiley and Sons, 1982.
- [7] LS-DYNA 760. Livermore Software Technology Corporation (2003).
- [8] Guinea, G.V., Planas, J. y Elices, M. "KI evaluation by the displacement extrapolation technique" *Engineering Fracture Mechanics* 66. Pp 243-255. (2000)

MEDIDA DE LA ENERGÍA DE FRACTURA ADHESIVA EN MODO MIXTO PARA ADHESIVOS ELASTOMÉRICOS Y SU INFLUENCIA SOBRE LAS CONDICIONES DE FALLO POR PANDEO LOCAL EN MATERIALES HÍBRIDOS FIBRA-METAL

J.C. Suárez¹, F. López¹, S. Miguel¹, P. Pinilla¹, M.A. Herreros¹

¹ Grupo de Investigación en Materiales Híbridos, Universidad Politécnica de Madrid
ETS Ingenieros Navales, Avda. Arco de la Victoria, s/n, 28040 Madrid
E-mail: juancarlos.suarez@upm.es

RESUMEN

El empleo de materiales híbridos fibra-metal, que combinan capas de material compuesto con otras capas metálicas, supone la formación de uniones adhesivas entre ambos constituyentes. Los modos de fallo son muy sensibles a las propiedades mecánicas de la unión. Concretamente, el pandeo local de la lámina metálica más externa, cuando el material híbrido es sometido a flexión, supone un modo de fallo indeseable que es fuertemente dependiente de la energía de fractura en la unión adhesiva. Se han realizado ensayos para determinar la energía de fractura adhesiva en modo mixto (I+II) y poder determinar las condiciones críticas para que se produzca el fallo por pandeo local. La reducción de datos a partir del registro de los ensayos es problemática en el caso de emplear adhesivos elastoméricos. La corrección de la flexibilidad a lo largo del ensayo permite obtener valores de la energía de fractura que son independientes de la longitud de la zona despegada.

ABSTRACT

Fiber-Metal hybrid laminates combine layers of metal with others made of composites –polymeric matrix and glass fibre woven fabric as reinforcement. Interface behaviour plays a fundamental role in the overall properties of the hybrid material, especially in the failure mode by local buckling of the outermost metal layer. A proper measurement of the adhesive fracture energy is necessary to avoid this early failure mechanism during bending. Tapered Double Cantilever Beam (TDCB) tests and Dissimilar Mixed Mode Bending (DMMB) tests have been used to obtain mode-I and mode-II contributions to the adhesive fracture energy. Data reduction for elastomeric adhesives has been modified to account for the variation in compliance during the test due to the non linear behaviour of the material.

PALABRAS CLAVE: Materiales Híbridos, Adhesivos, Fractura Adhesiva, TDCB, DMMB, Pandeo Local

1. INTRODUCCIÓN

Los materiales híbridos fibra-metal, que combinan capas de material compuesto con otras capas metálicas, permiten obtener propiedades mecánicas notables a la vez que suponen un ahorro de peso en la estructura. En el campo aeronáutico, estos materiales (*GLARE*) están siendo empleados actualmente en aviones civiles [1]. En la construcción naval, los autores de este trabajo han patentado recientemente un material híbrido (*MaLECoN*) constituido por acero y material compuesto de matriz de viniléster y refuerzo de fibra de vidrio [2]. Un modo de fallo particularmente relevante en materiales híbridos fibra-metal es la propagación de grietas situadas en la interfase entre el metal y el material compuesto. Las zonas despegadas pueden formarse durante el proceso de fabricación del material o aparecer posteriormente, durante el servicio. En cualquier caso, el laminado híbrido puede verse sometido a la acción de cargas locales de compresión (o de flexión) que provocan fenómenos complejos de

inestabilidad, resultando en el pandeo global de la placa o en el pandeo local de los sublaminados situados por

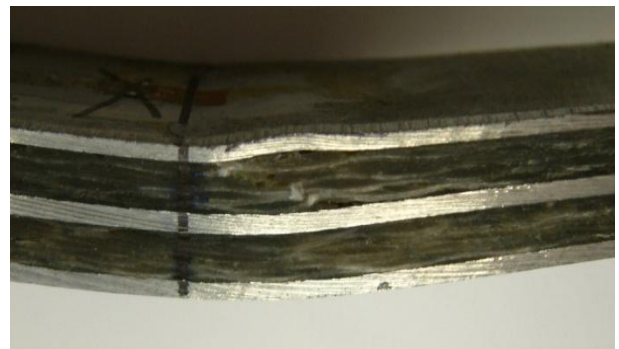


Figura 1. Fallo por pandeo local de un laminado híbrido fibra-metal

encima y por debajo de la región despegada. En la fase poscrítica, se generan tensiones interlaminares muy elevadas en las proximidades del frente de la grieta, que

provocan la propagación de la zona despegada. A medida que la delaminación progresa, la geometría de la placa va modificándose hasta alcanzar un nuevo estado de equilibrio. El proceso puede resultar en propagación estable y parada o, por el contrario, en crecimiento inestable hasta el fallo final. El modo de fallo de pandeo local por delaminación, Figura 1, resulta ser fuertemente dependiente de la energía de fractura en la unión adhesiva entre el metal y el compuesto.

Se presenta, en primer lugar, un análisis teórico que permita clarificar bajo qué condiciones se produce el fenómeno de pandeo local; tanto en lo que se refiere a las condiciones geométrica (espesores de las láminas metálicas y de compuesto, tamaño de la delaminación inicial, etc) como a las propiedades de los materiales y la energía de fractura interfacial.

La medida de la energía de fractura interfacial no es tarea fácil. En primer lugar, porque varía con el modo de sollicitación (modo I, modo II o mixto) y también por las restricciones a la propagación de la grieta a lo largo de la línea de pegado. Se presentan los ensayos realizados para obtener la energía crítica de fractura en modo I (G_{IC}), donde se han utilizado probetas de ensayo TDCB (*Tapered Double Cantilever Beam*). Asimismo, se han realizado ensayos en modo mixto I+II, para distintas condiciones de mixicidad, utilizando probetas de ensayo DMMB (*Dissimilar Mixed Mode Bending*).

Para mejorar el comportamiento del laminado híbrido y evitar en lo posible el fallo por pandeo local, se ha comparado el comportamiento de uniones acero-viniléster con otras en las que se ha interpuesto una capa de adhesivo elastomérico (poliuretano bicomponente). De esta manera, se logra aumentar la energía de fractura adhesiva y el pandeo local se produce únicamente en condiciones de carga y de tamaño de delaminación más restrictivas. Sin embargo, la medida de los valores de energía crítica de fractura en el caso de emplear un adhesivo elastomérico se complica notablemente debido a los efectos no lineales introducidos. Se propone un procedimiento de reducción de datos basados en la determinación experimental de la variación de la flexibilidad a lo largo del ensayo.

2. ANÁLISIS DEL PANDEO LOCAL POR DELAMINACIÓN EN LAMINADOS HÍBRIDOS

La literatura sobre pandeo por delaminación es muy amplia. Karchanov [3] realizó los primeros estudios y Chai *et al.* [4] introdujeron el **Modelo de Capa Delgada** (*Thin Film Model*, TFM) y el **Modelo de Columna Gruesa** (*Thick Column Model*, TCM). Otras contribuciones pioneras han dado paso a estudios más recientes que abordan cuestiones aun abiertas, tales como la anisotropía, modelización de la interfase, técnicas numéricas, etc.

En el proceso de pandeo por delaminación, los fenómenos de inestabilidad elástica y fractura ocurren de manera simultánea, y de hecho es posible plantear el problema con una formulación variacional de la que se puede obtener tanto la solución de equilibrio elástica como las condiciones de propagación de la grieta. Sin embargo, la forma más habitual de proceder es encontrar primero la solución del problema no lineal de equilibrio y, posteriormente, aplicar el criterio de fractura. El problema de estabilidad puede ser planteado en el marco de la teoría de la elasticidad. Este planteamiento tiene la ventaja de obtener como parte de la solución las tensiones interlaminares, que son, en último extremo, las responsables de la propagación de la zona despegada. No obstante, esto supone dificultades analíticas considerables, incluso recurriendo a técnicas numéricas. Por tanto, la mayoría de los estudios recurren a teorías estructurales que modelan el laminado como una combinación de vigas y placas, pero donde se pierde cualquier información directa a cerca de las tensiones interlaminares.

En cuanto al fenómeno de fractura, se puede acudir al *planteamiento local* y obtener los factores de intensidad de tensiones, K_I , bien directamente una vez ha sido encontrada la solución poscrítica mediante la teoría de la elasticidad, o *a posteriori*, cuando se usa un modelo estructural de la solución obtenida numéricamente. De manera alternativa, se puede recurrir al *planteamiento global* y obtener la tasa de liberación de energía, G , generalmente mediante técnicas numéricas, para establecer un criterio de fractura en modo mixto (I + II).

Una descripción más detallada del proceso de despegado puede obtenerse modelizando de alguna manera el comportamiento de la interfase. En este caso, el laminado es esquematizado como un número de láminas apiladas y unidas por elementos interfaciales de espesor nulo. Las tensiones interlaminares son modelizadas mediante ecuaciones constitutivas apropiadas, que pueden incluir comportamientos plástico, viscoelásticos, anisotropía, daño, etc. El modelo interfacial más sencillo es probablemente una distribución continua de muelles elásticos lineales. Pueden utilizarse muelles con constantes elásticas diferentes para representar el comportamiento en las direcciones normal y tangencial al plano de la interfase. También se ha propuesto el empleo de muelles no lineales, que modelicen de forma explícita la física del proceso de fallo de la unión adhesiva [5]. Estos modelos pueden ser denominados genéricamente como Modelo de Interfase Elástica (Elastic-Interface Model, EIM).

Para analizar la situación que nos encontramos en los laminados híbridos fibra-metal, cuando existe una zona despegada entre la lámina más externa y el resto del laminado, podemos utilizar un modelo como el indicado en la Fig. 2

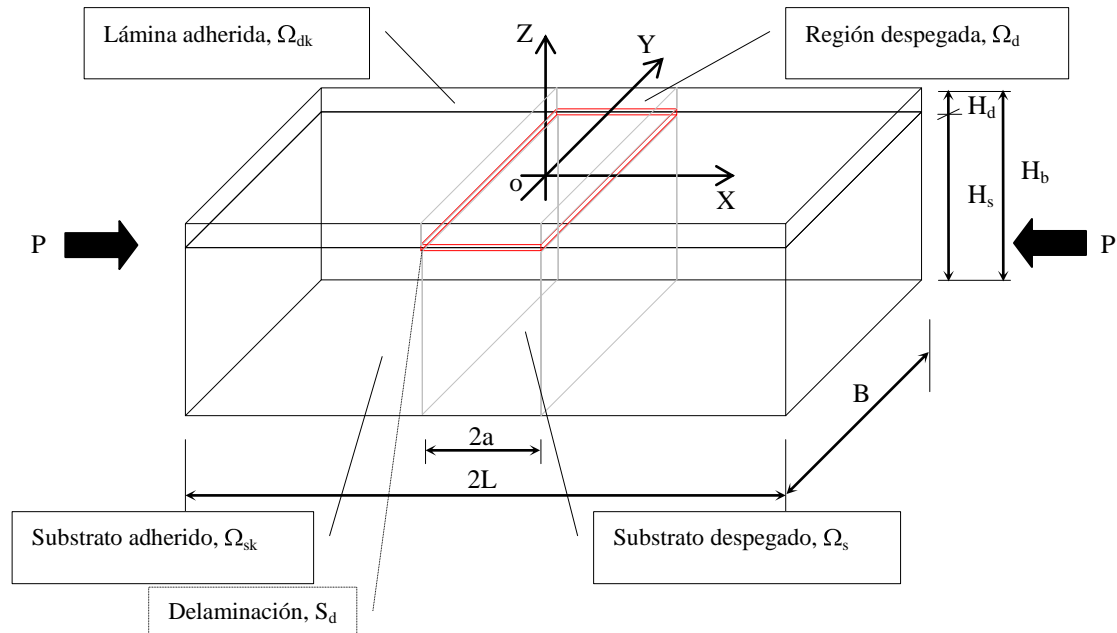


Figura 2. Laminado híbrido con una delaminación pasante de la lámina externa, cargado a compresión.

Si las rotaciones son moderadas se puede utilizar la teoría de placas de von Karman, que recoge el comportamiento a flexión en la ecuación (1) y a tracción-compresión en (2)

$$\frac{\partial^4 w}{\partial X^4} = \frac{1}{D} \left(N^X \frac{\partial^2 w}{\partial X^2} + \frac{\partial m^X}{\partial X} - f^X \frac{\partial w}{\partial X} + q \right) \quad (1)$$

$$\frac{\partial N^X}{\partial X} + f^X = 0 \quad (2)$$

Donde D es la rigidez a flexión, w es el desplazamiento en la dirección Z , m^X es la distribución de momentos, f^X y q son cargas distribuidas y N^X es la fuerza de membrana.

Las ecuaciones (1) y (2) deben ser especificadas a continuación para cada sublamina, esto es: la lámina despegada (Ω_d), la lámina adherida (Ω_{dk}), el substrato despegado (Ω_s) y el substrato adherido (Ω_{sk}). De acuerdo con la hipótesis denominada de “columna gruesa”, se supone que la rigidez a flexión del substrato es mucho mayor que la de la lámina despegada ($D_s \gg D_d$). De manera que cualquier desplazamiento transversal en el substrato es despreciado (w_w y w_{sk} igual a cero) y sólo se consideran desplazamientos transversales en la lámina (w_d y w_{dk}). Los desplazamientos axiales son considerados en todos los sublaminados (u_d , u_{dk} , u_s y u_{sk}).

Una resolución exacta del anterior sistema de ecuaciones sólo es posible si se prescinde de los muelles tangenciales. En el caso más realista, con muelles de los

dos tipos, sólo es posible obtener una solución explícita aproximada si se desprecia la contribución no lineal de la deformación axial.

Los detalles de la resolución son prolijos y pueden ser encontrados en alguna otra parte [6]. La energía de fractura adhesiva, $G = -\partial \Pi / \partial a$ (donde Π es la energía potencial total del sistema), es la suma de las contribuciones de los modos I y II, que mediante la técnica de cierre de grieta virtual resultan ser:

$$G_I = \frac{1}{2} k_z a_{dk}^2 \frac{8\lambda}{2a/\lambda - \sin(2a/\lambda)} \left(a + \omega \tanh \frac{L_k}{\omega} \right) \frac{P - P^C}{A_s} \quad (3)$$

$$G_{II} = \frac{1}{2} k_x \left(\omega \tanh \frac{L_k}{\omega} \frac{P - P^C}{A_s} \right)^2 \quad (4)$$

La Figura 3 muestra una serie de curvas de G en función de la longitud de la zona despegada y de la carga aplicada. Durante la fase previa al pandeo local, la lámina y el substrato no experimentan desplazamiento relativo alguno. De manera que las tensiones interlaminares son cero y también lo es G . En consecuencia, no habrá propagación de la zona despegada para cargas aplicadas inferiores a la que provoca el pandeo local de la lámina despegada. En la fase posterior al pandeo, G aumenta al aumentar la carga. Al alcanzar el valor crítico, comenzará la propagación de la zona despegada y el punto que representa el estado del sistema (a, P) se moverá a lo largo de una de las curvas $G = G_C$. El crecimiento será estable si P crece al aumentar a , e inestable si P decrece.

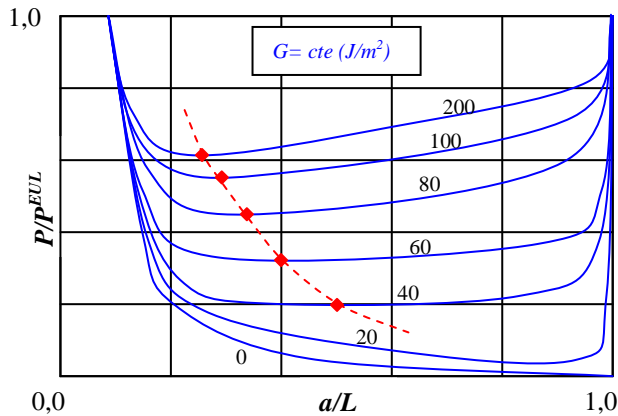


Figura 3. Curva de tamaños críticos para crecimiento estable de la zona despegada en función de la Energía de Fractura Adhesiva.

También se ha dibujado en la Figura 3 los puntos de cada curva correspondientes al mínimo (línea punteada). Por debajo de un cierto valor de la Energía de Fractura Adhesiva las curvas se hacen monótonamente decrecientes con a , lo que equivale a decir que no se producirá crecimiento estable en ningún caso, sea cual sea el tamaño de la zona despegada. De manera que hay que evitar el empleo de matrices poliméricas con valores de G_c por debajo de este valor umbral, G_c^{th} , que hace que cualquier zona despegada propague inestablemente cuando se alcanza la carga necesaria. Por el contrario, para valores por encima de G_c^{th} se tendrá propagación estable para tamaños de grieta por debajo del valor correspondiente al mínimo de cada curva. Se observa que el tamaño de las zonas despegadas que presenta propagación estable es menor a medida que crece la Energía de Fractura de la unión adhesiva. Luego, si consideramos las zonas despegadas con crecimiento estable como defectos admisibles vemos que a medida que tenemos uniones con mayor G_c , más resistentes, lo es a cambio de hacerlas menos tolerantes al daño, pues sólo defectos muy pequeños detendrán su progresión bajo carga.

3. ENERGÍA DE FRACTURA ADHESIVA EN MODO I: ENSAYOS TDCB MODIFICADOS

Los modelos analíticos expuestos en el apartado anterior muestran que el pandeo local de la lámina metálica externa durante la flexión es muy sensible al valor de la energía de fractura adhesiva en la unión polímero-metal. La medida correcta de la energía de fractura adhesiva es, pues, de la máxima relevancia.

La aplicación del ensayo de doble viga en voladizo con sección variable (TDCB, *Tapered Double Cantilever Beam*) para determinar el valor crítico de la energía de fractura adhesiva en modo I, G_{IC} , presenta algunas ventajas que lo han hecho ser muy utilizado: a) permite ensayar uniones de materiales con un límite elástico

muy bajo sin que se produzca plastificación de los adherentes; b) la flexibilidad de la probeta de ensayo es independiente de la longitud de la grieta. La reducción de datos se puede hacer siguiendo la norma ASTM D 3433 99 [7] utilizando una teoría de vigas simple con corrección para incluir los efectos de la cortadura.

Ya se han presentado anteriormente los detalles experimentales de los ensayos realizados [8]. La Figura 4 muestra un registro típico de carga frente al tiempo a lo largo de un ensayo TDCB. El primer pico, correspondiente a la propagación de la pregrieta iniciada en el adhesivo por la inclusión de la lámina de PTFE, no es tenido en cuenta pues el vértice de la grieta no es físicamente representativo de las grietas reales que se pueden encontrar en servicio. La última propagación tampoco es tomada en consideración pues el vértice de grieta se encuentra ya fuera de la zona de rampa de la probeta. Como se puede observar, existe en cada tramo de propagación una zona de deformación a carga prácticamente constante, correspondiente a la deformación exclusivamente del adhesivo elastomérico. Sigue una zona de transición hasta obtener una deformación proporcional, correspondiente a la deformación elástica de los adherentes metálicos. Finalmente el registro se empieza a separar de la proporcionalidad hasta que se llega a la carga de inicio de la propagación.

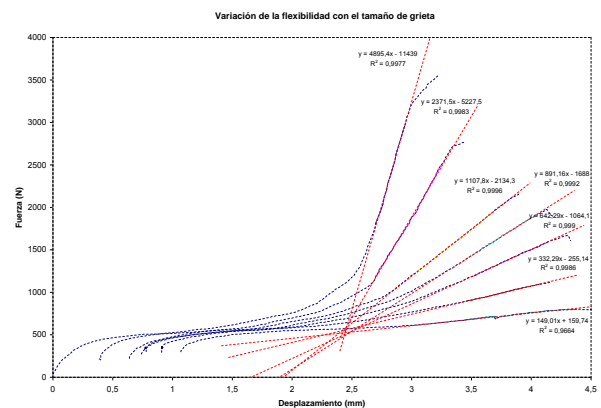


Figura 4. Ciclos de carga-propagación-descarga en una probeta TDCB

Las rectas de ajuste a las distintas regiones de proporcionalidad pueden extrapolarse, observándose como se cortan todas ellas en un único punto que marca el límite hasta el cual el adhesivo está tomando toda la deformación y el comienzo de entrada en carga de los adherentes metálicos.

La diferencia entre los distintos métodos de análisis estriba en la forma de obtener la variación de la flexibilidad con el tamaño de grieta, dC/da . El más sencillo utiliza una teoría de vigas simple con corrección de los efectos de cortadura, según el análisis de Mostovoy [6]. La flexibilidad C propuesta por la teoría de vigas utilizada no se corresponde con el

comportamiento real del dispositivo de ensayo, debido a que se violan algunos de los supuestos implícitos en dicha teoría. Particularmente, no se cumple que la capa de adhesivo sea suficientemente delgada y, además, el comportamiento del polímero es altamente no lineal. Debemos pues recurrir a la determinación experimental de la flexibilidad a lo largo del ensayo. La flexibilidad para cada longitud de grieta se mide a partir de las rectas dibujadas en la Figura 4, obtenidas en la etapa de descarga-carga tras cada propagación de la grieta.

A partir de estas medidas podemos evaluar las energías de fractura adhesiva, G_{Ic} (comienzo de la propagación) y G_{Ica} (parada de grieta), en cada punto de propagación. Los resultados se muestran en la Figura 5.

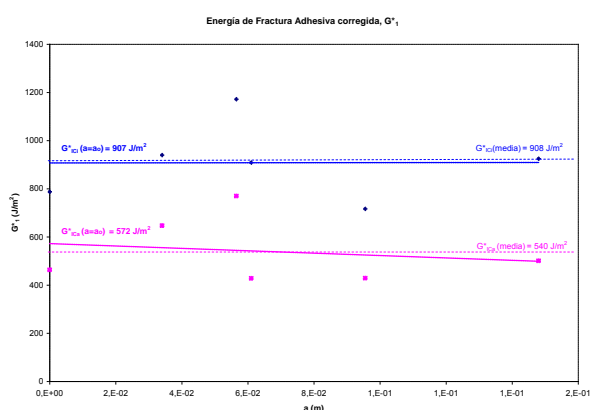


Figura 5. Valores de la energía de fractura adhesiva en función del tamaño de grieta, reducidas a partir de las medidas experimentales de flexibilidad

4. ENERGÍA DE FRACTURA EN MODO I+II DE UNIONES ADHESIVAS: ENSAYOS DMMB

La Figura 6 muestra una representación esquemática del ensayo DMMB mostrando las fuerzas aplicadas mediante el utillaje, que son responsables de las contribuciones a la sollicitación en los modos I y II. Imponiendo condiciones de equilibrio se puede llegar a expresiones explícitas para las cargas efectivas en cada uno de los modos [10]

$$P_I = \frac{P_c}{B} - \frac{\alpha P(B+c)}{\alpha+\beta} \left(\frac{1}{B} - \frac{1}{2L} \right) \quad (5)$$

$$P_{II} = \frac{P(B+c)}{\alpha+\beta} \left(\frac{1}{B} - \frac{1}{2L} \right) \quad (6)$$

La energía de fractura en modo I se puede escribir como

$$G_I = \frac{6P_I^2(a+\chi h)^2}{W} \sum_{i=1}^2 \frac{1}{WE_{i1}H_i^3} \quad (7)$$

Donde χ es el factor de corrección para la rotación del vértice de grieta.

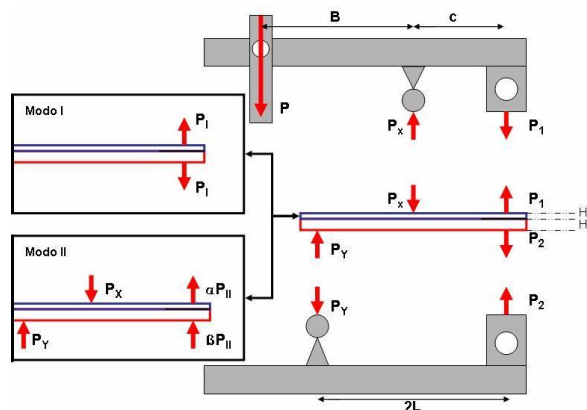


Figura 6. Contribuciones al modo I y al modo II en el ensayo DMMB

La energía de fractura en modo II, por otra parte, resulta ser

$$G_{II} = \frac{6P_{II}^2 a^2}{W^2} \left(\frac{\alpha^2}{E_{11}H_1^3} + \frac{\beta^2}{E_{21}H_2^3} + \frac{1}{H^2(H_1E_{11}+H_2E_{21})} \right) \quad (8)$$

La energía de fractura global se obtiene aplicando el principio de superposición lineal, y viene dada por

$$G = G_I + G_{II} \quad (9)$$

Se ha construido un útil adaptado al ensayo de uniones disimilares, que permite variar las posiciones de los puntos de introducción de la carga, consiguiendo así un amplio abanico de condiciones de mixicidad en el ensayo.

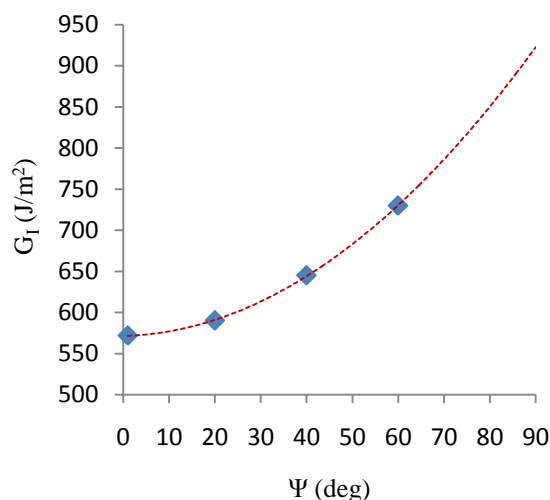


Figura 7. Variación de la energía de fractura adhesiva en una unión poliuretano-acero solicitada en modo mixto

El ángulo de mixicidad viene dado por

$$\Psi = \arctan \left(\frac{G_{II}}{G_I} \right) \quad (10)$$

Ha sido preciso el desarrollo de alguna instrumentación específica para medir las deformaciones del adhesivo en la línea de pegado, por las dificultades inherentes a la introducción de un sensor en una zona de dimensiones tan reducidas sin, por otra parte, perturbar el ensayo. Se ha dispuesto, asimismo, de un sistema de cámaras digitales para registrar a lo largo del ensayo la deformación del adhesivo y, eventualmente, el comienzo del fallo. También se han monitorizado las deformaciones en los adherentes a lo largo del ensayo mediante extensometría eléctrica, para detectar con precisión la carga crítica para la propagación de la delaminación.

5. CONCLUSIONES

Los resultados de los modelos de un material híbrido fibra-metal con una lámina despegada sometido a compresión muestran que existe un cambio de comportamiento para un cierto valor umbral de la Energía de Fractura Adhesiva, G_c^{ih} , por debajo del cual no se da propagación estable de la zona despegada para cualquier tamaño de la misma. Esto previene del uso de polímeros con valores excesivamente bajos de su Energía de Fractura Adhesiva, pues cualquier defecto progresa de forma inestable.

Los valores de la energía de fractura adhesiva para adhesivos elastoméricos, obtenidos con probetas TDCB, resultan decrecer con el tamaño de grieta cuando se utilizan en la reducción de los datos las expresiones basadas en teorías de vigas más o menos sofisticadas. El comportamiento altamente no lineal de estos adhesivos y los grades espesores en que se utilizan para lograr las prestaciones deseadas invalida los supuestos contenidos en las teorías de vigas a la hora de obtener la variación de la flexibilidad con el tamaño de grieta. Los valores de la energía de fractura adhesiva calculados a partir de la medida experimental de la flexibilidad sí que resultan ser independientes del tamaño de grieta a lo largo del ensayo.

El ensayo DMMB para la determinación de la energía de fractura adhesiva en modo mixto I+II permite obtener la curva de variación de la energía de fractura para sollicitaciones con distintos grados de mixicidad y acotar de esta manera las condiciones generales que conducen al fallo de pandeo local por delaminación.

AGRADECIMIENTOS

Los autores desean agradecer a la Universidad Politécnica de Madrid por la financiación recibida dentro del proyecto AM0402 para llevar a cabo la presente investigación. Asimismo, reconocer la colaboración de José Illescas, Ana Soria y Ana García en la realización de los ensayos.

REFERENCIAS

- [1] Vlot, A. and Gunnink, W. (Eds). "*Fiber Metal Laminates*". Libro 532 pag. Kluwer Academic Publishers. Delft, The Netherlands, 2001
- [2] Suárez, J.C., Díez de Ulzurrun, I and López, F (et al.) Patente española nº P200500746, año 2007
- [3] Karchanov, L.M., "*Separation failure of composite materials*", *Polymer Mech.*, pag. 812ff, Vol. 12, p 1977.
- [4] Chai, H., Babcock, C.D. and Knauss, W.G., "*One dimensional modelling of failure in laminated plates by delamination buckling*", *Int. J. Solids Struct.*, Vol. 17, pag. 1069ff, 1981.
- [5] Serizawa, H. and Murakawa, H., "*Development of new interface potentials for simulating mode I & mode II fracture behavior*", *Trans. JWRI*, Vol. 32 (2), pag. 349-354, 2003.
- [6] Bennati S. and Valvo, P.S., "*An elastic-interface model for delamination buckling in laminated plates*", *Key Engineering Materials*, Trans Tech Publications, Vol.221-222, pag. 293-306, 2002.
- [7] ASTM, ASTM D3433, "*Annual book of ASTM standards*. Adhesive section 15", Filadelfia, 1990.
- [8] Suárez, J.C., Herreros, M.A., Pinilla, P, Miguel, S, López, F. "*Energía de fractura en uniones adhesivas de material híbrido fibra-metal: Ensayos TDCB modificados*". Article. Anales de Mecánica de la Fractura pág. 229 Vol. 1 . XXIV Encuentro del grupo Español de Fractura. Burgos Marzo 2007
- [9] Mostovoy, S., Crosley, P.B., Ripling, E.J., "*Use of crack-line loaded specimens for measuring plane-strain fracture toughness*", *Journal of Materials*, 2 (3), pp. 661-681, 1967.
- [10] Marannano, G, Pasta, A. "*An analysis of interface delamination mechanisms in orthotropic and hybrid fiber-metal composite laminates*". Article. Engineering Fracture Mechanics pág. 612-626 (2007)

SISTEMA PHASED ARRAY INTEGRADO DE BAJA FRECUENCIA PARA LA MONITORIZACIÓN DE ESTRUCTURAS RIGIDIZADAS DE MATERIAL COMPUESTO

Federico Martín de la Escalera^{*}, Carmen Pérez Melguizo[†], Valerijan Cokonaj^{*}

^{*} Aernnova Engineering Solutions, S.A.
Avda. Manoteras, 20-5ª planta, 28050 Madrid, España
e-mail: federico.martindelaescalera@aernnova.com, web page: <http://www.aernnova.com>

[†] Tecnatom, S.A.
Avda. Montes de Oca, 1, 28709 San Sebastián de los Reyes (Madrid), España
e-mail: cperez@tecnatom.es, web page: <http://www.tecnatom.es>

RESUMEN

El objetivo de este artículo es presentar los resultados de los ensayos efectuados para analizar el funcionamiento/actuación de los sistemas phased array en la monitorización de estructuras fabricadas en material compuesto. Ultrasonic phased array systems son bastante populares en el campo de los métodos de inspección no destructivos. The phased array transductores disponibles en la actualidad son caros, principalmente a causa de las frecuencias del orden de los MHz, que implican tolerancias muy reducidas y alta precisión en la fabricación. Por ello varios programas de investigación que se dedican al desarrollo de sistemas phased array de baja frecuencia, más económicos, se han iniciado recientemente. El trabajo que se presenta en este artículo se basa en los resultados de estos estudios y su objetivo es el desarrollo de un transductor phased array integrado, de bajo coste y baja frecuencia para la detección de daños en estructuras aeronáuticas de material compuesto. Este sistema está diseñado para estar permanentemente instalado en zonas críticas de manera que las monitoriza en tiempo real.

ABSTRACT

The objective of this paper is to present results of testing phased array performance for monitoring structures built of composite materials. Ultrasonic phased array systems are quite popular in the field of non-destructive evaluation. The currently available phased array transducers are expensive, mainly because the MHz-order frequencies imply tight tolerances and high manufacturing precision. That is why several programs dedicated to develop cheaper, low frequency phased array systems have been started recently. The work presented in this paper draws on the results of these studies and aims at the development of a built-in, low-cost and low-frequency phased array transducer for damage detection in aircraft structures built of composite materials. This system is designed to be permanently installed at critical locations in order to monitor those zones in real time.

PALABRAS CLAVE: Monitorización de Integridad Estructural, Estructuras Inteligentes, Propagación de Ondas Lamb, Estructuras de Material Compuesto, Phased Array.

1. INTRODUCCIÓN

Los sistemas phased array integrados de baja frecuencia prometen una monitorización de integridad estructural en tiempo real fiable y eficiente. A pesar de que los sistemas phased array integrados se han mostrado muy eficaces en la monitorización de estructuras metálicas, su funcionamiento no fue tan bueno en estructuras de material compuesto (Kawiecki y Peña 2006). Varias cuestiones, tales como la distorsión de señales que se debe a la naturaleza marcadamente anisótropa de los materiales compuestos

y el mayor amortiguamiento ocasionado por la matriz y por las interacciones entre fibra y matriz, se deben solventar antes de que los sistemas phased array se comporten tan bien en la monitorización de estructuras de material compuesto como lo hacen en el caso de las metálicas. Este artículo presenta los resultados de un esfuerzo concentrado, enfocado a superar los problemas típicos de la monitorización de estructuras de material compuesto.

El sistema phased array barre la estructura monitorizada con un haz concentrado de ondas elásticas que retornan al transductor al encontrar cual-

quier obstáculo. Las ondas elásticas que se emplean para inspeccionar la estructura se generan mediante dispositivos piezoeléctricos que se expanden o contraen si se ven sometidos a impulsos eléctricos. Si uno de estos dispositivos se une a la superficie de una estructura de pared delgada y se activa con un impulso eléctrico, enviará una onda elástica que puede inspeccionar la estructura. Para lograr el control direccional del haz se disponen varios de estos dispositivos piezoeléctricos de un modo apropiado y se activan siguiendo un patrón especial. De esta manera la energía de la onda se puede concentrar generando un frente y se puede enviar en prácticamente cualquier dirección.

Esto se aprecia en la Fig. 1, en la cuál 1-7 son elementos del transductor “phased array” y 8 es el frente de onda. Esta figura muestra que si se dispara primero el elemento número 7 y posteriormente se activan los restantes elementos con el retardo adecuado, se puede generar un frente de onda dirigido. Al modificar el patrón de retardo se puede enviar el haz de ondas elásticas en casi cualquier dirección o concentrarlas prácticamente en cualquier posición. En la Fig. 2 se observa la implementación práctica del control direccional del haz mediante transductores “phased array”, donde 1 es el haz de ondas elásticas (Huygen) como las describe Giurgiutiu (Giurgiutiu 2003), y 2 es un transductor de laboratorio.

2. ENFOQUE

El enfoque analítico que se usa para procesar los datos se describe a continuación. También se van a presentar los resultados preliminares de los ensayos en dos estructuras aeronáuticas de material compuesto, y después se van a comparar con las inspecciones por ultrasonidos convencionales.

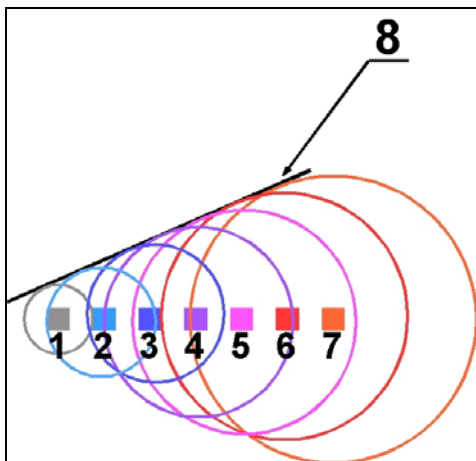


Figura 1. Principio de funcionamiento de Phased Array

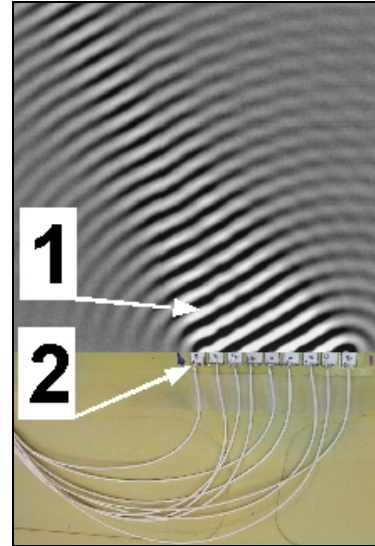


Figura 2. Generación del haz de ondas elásticas

2.1. Enfoque analítico

La onda elástica que se genera mediante el elemento piezoeléctrico central de un conjunto lineal alcanza una posición arbitraria P según (Azar, Shi and Wooh 2000)

$$s_P(t) = \frac{1}{\sqrt{R}} s_T \left(t - \frac{R}{c} \right) \quad \text{Eq. (1)}$$

donde R es la distancia, R/c el tiempo para recorrer la distancia entre emisor y receptor, $1/\sqrt{R}$ representa la reducción de amplitud debida al carácter omnidireccional de la onda de inspección, y:

$$s_T = s_0 \cos 2\pi F_c t, \quad 0 < t < t_p \quad \text{Eq. (2)}$$

es una onda de amplitud constante de frecuencia F_c y duración t_p .

La onda, al reflejarse en un defecto simulado, retornará al m -ésimo elemento piezoeléctrico como:

$$s_{R_m}(t) = \frac{A}{R} s_T \left(t - \frac{2R}{c} + \Delta_m(\phi_0) \right), \quad m=0, \dots, M-1 \quad \text{Eq. (3)}$$

donde

$$\Delta_m(\phi_0) = m\Delta_0(\phi_0) = m \frac{d}{c} \cos \phi_0, \quad m=0, \dots, M-1 \quad \text{Eq. (4)}$$

En la formulación de estas ecuaciones se asume que las señales entrantes son paralelas. Este supuesto se justifica si la distancia entre elementos es despreciable frente a la distancia entre el defecto y los elementos piezoeléctricos. La suma de las señales entrantes a los diversos sensores con un retardo δ_m se puede representar como:

$$s_R(t) = \frac{A \cdot M^2}{R} \sum_{m=0}^{M-1} s_T \left(t - \frac{2R}{c} + \Delta_m(\phi_0) - \delta_m \right) \quad \text{Eq. (5)}$$

se supone que el retardo en cada elemento piezoeléctrico es:

$$\delta_m = \Delta_m(\phi_0), \quad m = 0, \dots, M-1 \quad \text{Eq. (6)}$$

y, por lo tanto, la señal que captan todos los sensores se puede expresar como:

$$s_R(t) = \frac{A \cdot M^2}{R} \sum_{m=0}^{M-1} s_T \left(t - \frac{2R}{c} \right) \quad \text{Eq. (7)}$$

Estas fórmulas (Giurgiuti and Cuc 2005) se programaron usando MATLAB® y se aplicaron para procesar señales reflejadas.

2.2. Enfoque experimental

Se inspeccionaron dos estructural de material compuesto procedentes de un avión regional mediante un sistema de adquisición phased array proporcionado por el Instituto de Acústica (CSIC, Spain): una sección de ala y un timón de profundidad. Una vez todas las señales se combinan usando Eq. (7), la resultante fue una señal “completa”/ “única” “full”, así que se fijó un umbral mínimo para detectar novedades. Se escogió el valor mínimo de la envolvente de la señal para este propósito.

La sección del ala se aprecia en Fig. 3. Incluye dos rigidizadores en omega pegados y un larguerillo co-curado. Sus dimensiones aproximadas son 950mmx600mmx3mm.

Este panel se instrumentó con dos transductores phased array, uno de ellos orientado en la dirección perpendicular a los rigidizadores y el otro en paralelo, como se muestra en Fig. 4. Se han infligido dos tipos distintos de daño a este espécimen: delaminaciones y trozos de plastilina. Inicialmente, se genera una delaminación, como se ve en el boceto de Fig. 4, en el que también se detallan las dimensiones de la pieza.

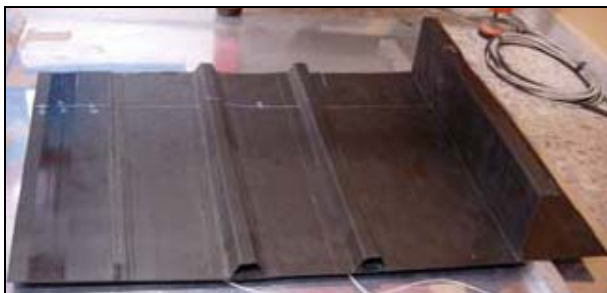


Figura 3. Sección de ala de aeronave regional

Se pegó un trozo de plastilina en las proximidades de la delaminación. La ubicación de este defecto simulado se denomina “Mass” en Fig. 4. A continuación se produjo otra delaminación. Se ocasionó mediante un impacto 20 J y su ubicación se aprecia en la Fig. 5.

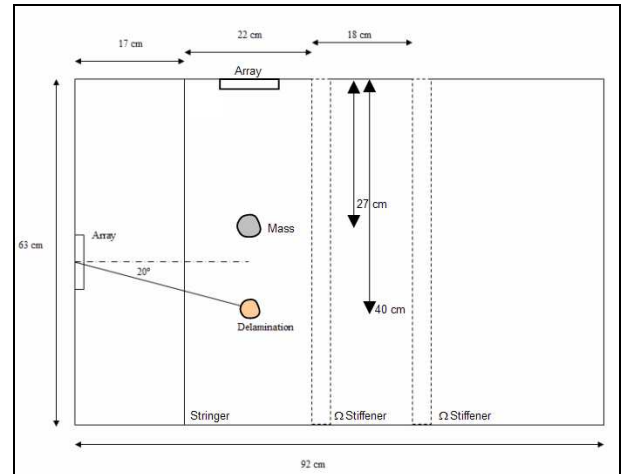


Figura 4. Distribución inicial de defectos

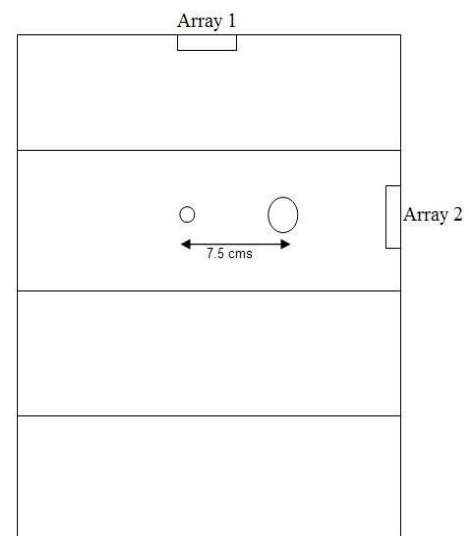


Figura 5. Ubicación del impacto y el defecto simulado

El segundo espécimen que se ensayó (Fig. 6) fue el revestimiento del timón de profundidad de un avión regional con muchos elementos típicos de las estructuras aeroespaciales: un rigidizador en omega en la cara inferior, dos cortes en forma de U para las articulaciones (a los que se denomina “corners” en este artículo), múltiples agujeros y refuerzos para remaches, y una malla de cobre para protección contra rayos. Sus máximas dimensiones son 1660mmx450mm, con espesores que varían de 3 a 5mm.

La campaña de daños consistió en una primera delaminación en la cual la energía se aplicó progresivamente, y una segunda en la cual el daño se incrementó en tamaño más que en energía de impacto.

3. RESULTADOS

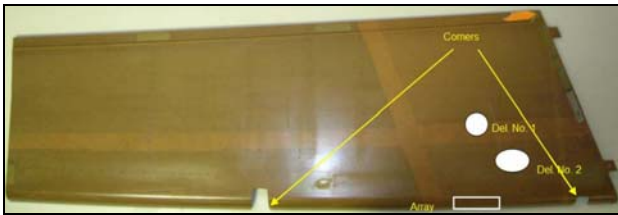


Figura 6. Revestimiento del timón de profundidad de un avión regional

3.1. Sección de ala de material compuesto

Una muestra de análisis con phased array de la sección de ala se aprecia en Fig. 7. Después de inspección convencional mediante UT para determinar las propiedades de la estructura, se escogió una excitación en ráfagas de 3 pulsos, con 20Vpp y frecuencia de 48kHz, con una velocidad de grupo medida de 1330m/s.

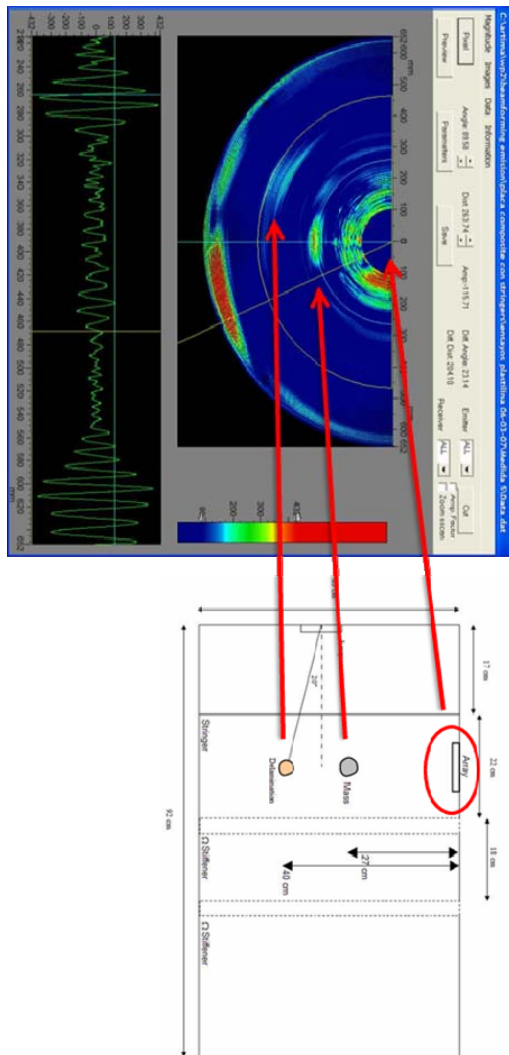


Figura 7. Inspección de muestra del panel con una pequeña delaminación y un defecto artificial

Para el array paralelo a los rigidizadores (Array 1 en la Fig. 5), era imposible obtener datos más allá del larguero co-curado. Por añadidura, aparecieron algunas fuertes reflexiones no esperadas. Se cree que parte de la energía de los ultrasonidos viajó a través del propio larguero, siendo el eco de borde la causa de este extraño comportamiento.

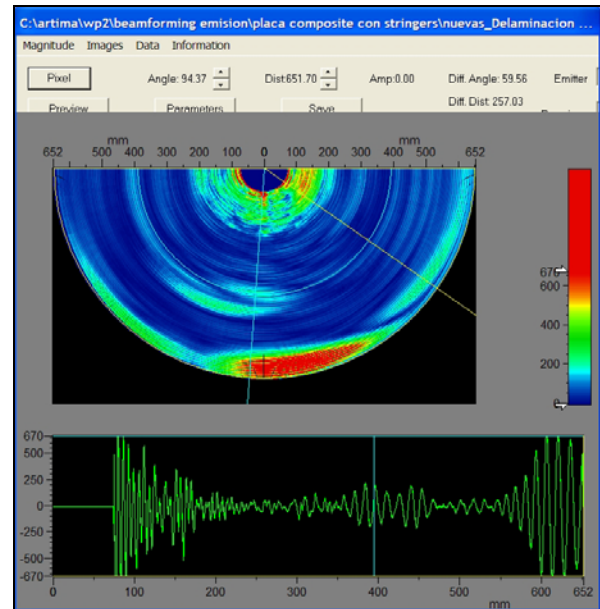


Figura 8. Inspección del panel con una sola delaminación

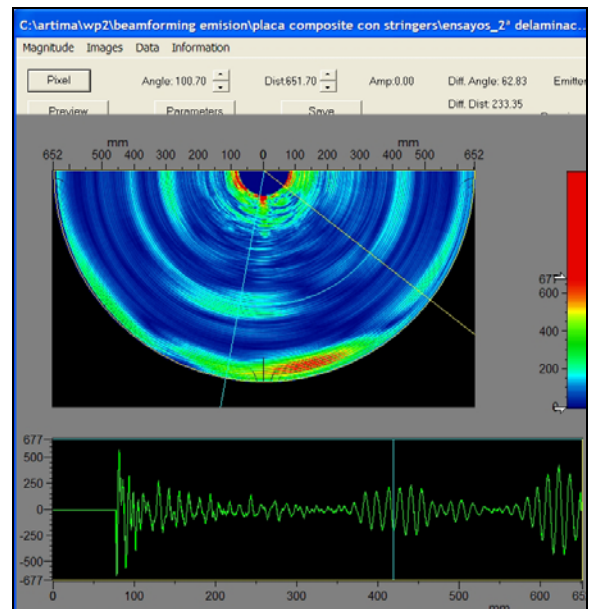


Figura 9. Inspección del panel con dos delaminaciones

Al cambiar al array 2, se hace patente que el sistema phased array era capaz de detectar tanto la zona delaminada como el defecto simulado mediante la plastilina. Se puede apreciar que el borde del panel aparece ligeramente desplazado hacia la derecha. Al mismo tiempo, la imagen del defecto se desplaza a la izquierda. Las posibles causas de estas distorsiones se

tratarán con posterioridad en este capítulo.

Las Fig.8 y Fig. 9 muestran el efecto del tipo de defecto en la imagen de la inspección. En la Fig. 8 se observa una imagen que se obtiene del panel con una única delaminación. La Fig. 9 es una imagen que se obtiene después de que la segunda delaminación, indicada en la Fig. 5, se haya efectuado.

Se puede apreciar que la imagen cambia considerablemente, en comparación con la obtenida sólo con el trozo de plastilina (las escalas se deben fijar en los mismos valores). Aunque es posible ver que se ha infligido un daño adicional, es difícil extraer más información de la imagen. La razón es que el defecto no aparece exactamente en la posición que se esperaba.

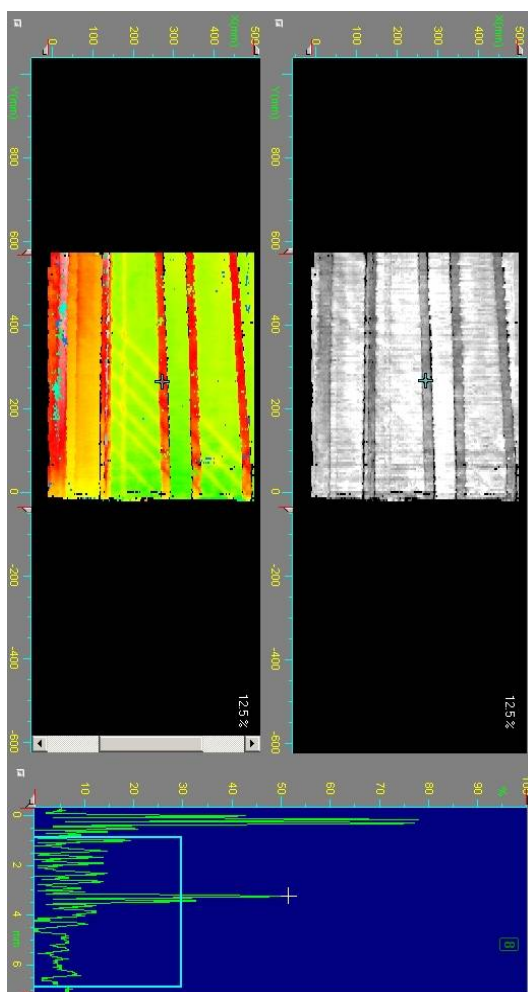


Figura 10. C-scan del panel de ensayo

Las distorsiones en la imagen se pueden deber al efecto de la orientación de las fibras de carbono en la velocidad de propagación del sonido en el panel. Otra fuente de distorsiones pueden ser los cambios de espesor del panel. Estas características se aprecian claramente en la Fig. 10, que muestra el C-scan del espécimen usando inspección convencional UT.

Estudios adicionales realizados por el Instituto

Acústica (CSIC, España) mediante un interferómetro láser han sacado a relucir interesantes cuestiones. Los haces de ondas elásticas que genera el transductor phased array se distorsionan con múltiples reflexiones de los rigidizadores. Esto implica fuentes de emisión adicionales, que afectan adicionales realizados por el Instituto de a la propagación de las ondas Lamb y dificulta la interpretación de las imágenes que se producen. La pequeña distancia entre rigidizadores hace imposible filtrar el efecto de estas falsas fuentes emisoras.

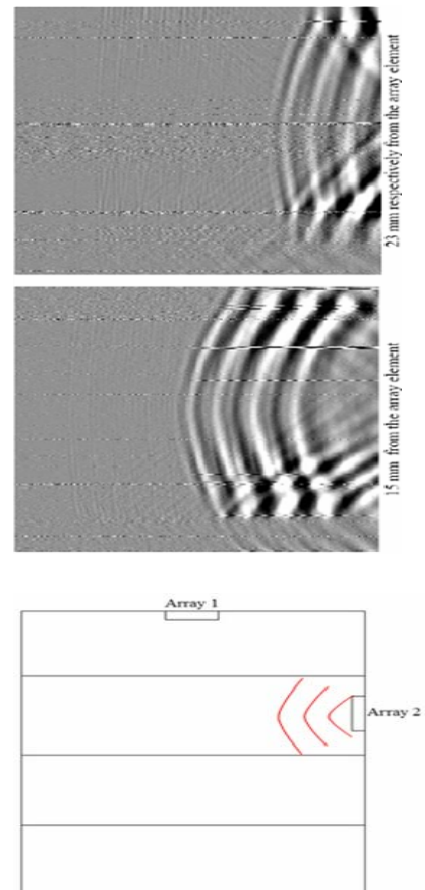


Figura 11. Efecto de los rigidizadores en la propagación de ondas, interferometría láser

El efecto de las reflexiones de los rigidizadores es mucho más significativa que el efecto de las características del material compuesto, tales como la secuencia de apilamiento y la orientación de las fibras. El sonido se confina en el área entre rigidizadores. Lo cual indica que cada zona entre rigidizadores se debería monitorizar mediante un transductor distinto. Ésta es una gran diferencia con respecto a los paneles de aluminio con rigidizadores remachados, en los que un único transductor phased array puede monitorizar una zona limitada esencialmente por el alcance del transductor.

3.2. Revestimiento de timón de profundidad de material compuesto

Este espécimen es muy representativo, puesto que se trata de un componente completo de una aeronave real. Desafortunadamente, esto conlleva múltiples singularidades que enturbian la imágenes obtenidas con phased array y hace más difícil que tengan sentido a simple vista. Llegado este punto, se hace claramente necesaria una herramienta de comparación con una referencia; la referencia se muestra en la Fig. 12, junto al objeto de ensayo y detalles de las singularidades.

El daño se infligió al revestimiento externo del timón de profundidad, donde un impacto accidental es más propenso a ocurrir. Se realizó una inspección convencional de ultrasonidos para detectar los parámetros de propagación de onda; posteriormente, se situó el punto de operación del sistema phased array a 48 kHz, con 20Vpp y ráfagas de tres ciclos. La velocidad de propagación que se midió fue de 1220m/s.

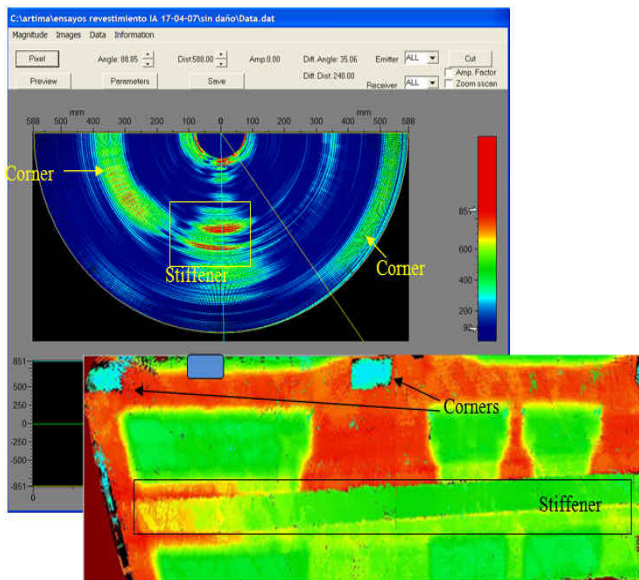


Figura 12. Phased array (detrás) comparado con inspección de espesor C-Scan convencional (1^{er} plano).

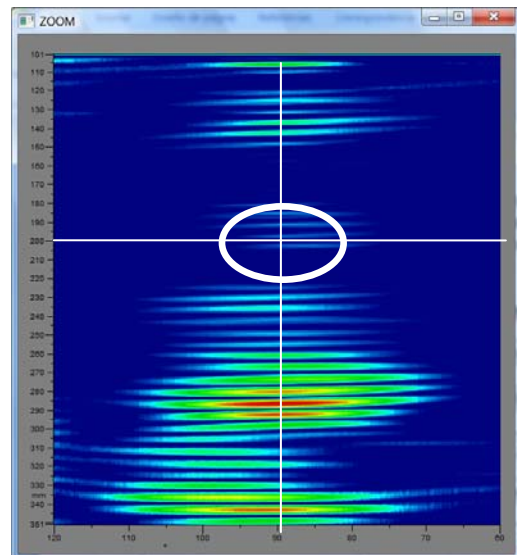
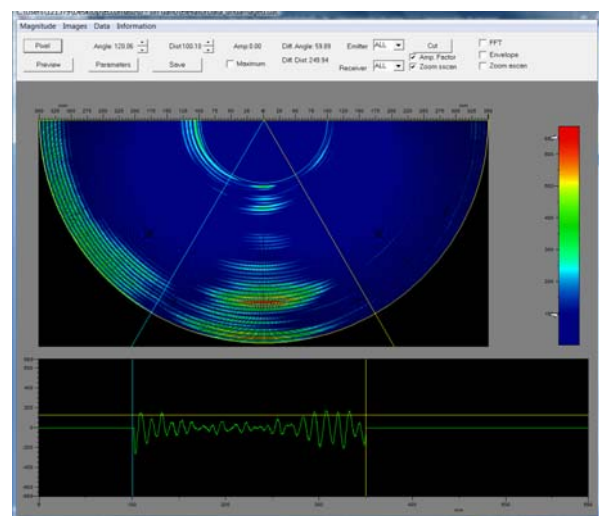
Una primera delaminación se infligió mediante la aplicación de varios pasos de carga de ~5J con un 1" ball impactor hasta que el daño se hizo detectable a través de una unidad portátil de ultrasonidos convencional. El segundo impacto ya produjo resultados detectables. Los impactos sucesivos produjeron no sólo indicios de nuevos daños, sino además distorsiones en toda la respuesta estructural. Serán necesarios trabajos posteriores para evaluar cómo superar/sobreponerse a estas distorsiones cuando se intente implementar una herramienta automática de reconocimiento de novedades.

Los indicios de evolución de daño se resumen en la Tabla 1, en la cual se muestran la inspección general y un detalle ampliado de la zona dañada para varios

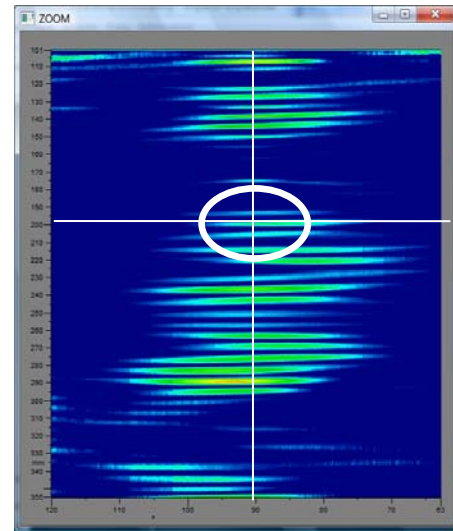
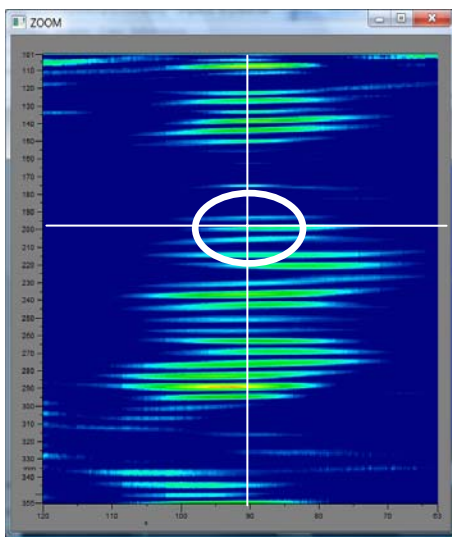
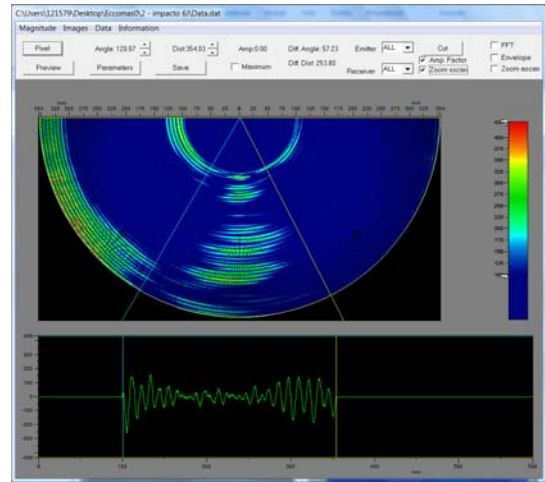
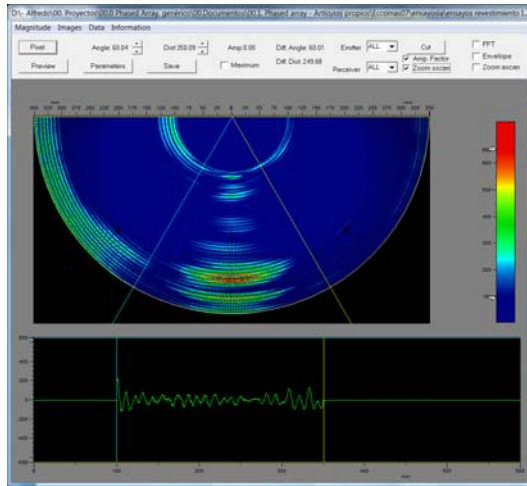
estados de daño diferentes. Se debe apreciar que las ampliaciones corresponden a sectores circulares que se expanden a forma rectangular, lo cual produce una cierta distorsión espacial de la imagen.

El área del primer impacto se señala con un círculo blanco. El área del segundo se indica mediante un círculo rosa. El área ampliada para la zona del segundo impacto (30°-120°) es mayor que para el primero (60°-120°).

Tabla 1: VARIACIÓN CON EL DAÑO EN LAS INSPECCIONES CON PHASED ARRAY

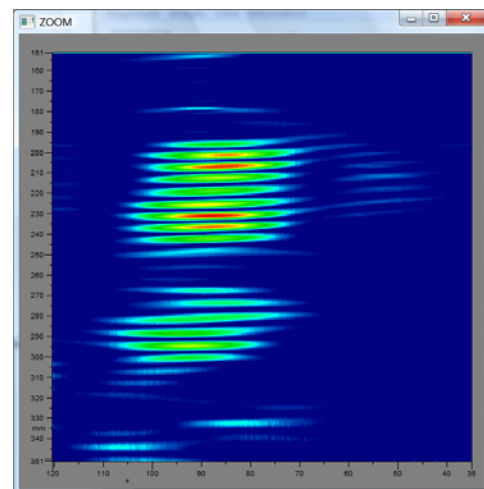
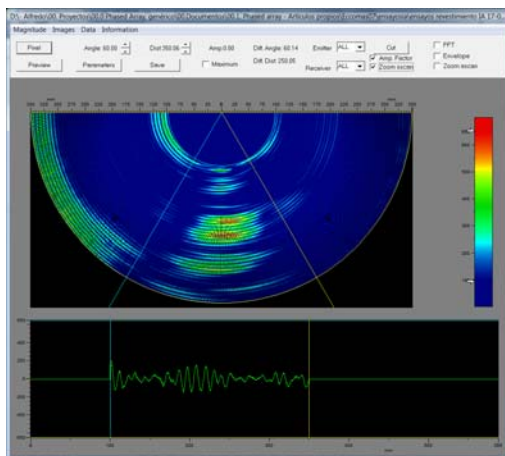


Estado sin daño; fuerte reflexión de rigidizador a ~280mm, 90°; signos de cambio de espesor cerca de la zona de impacto.

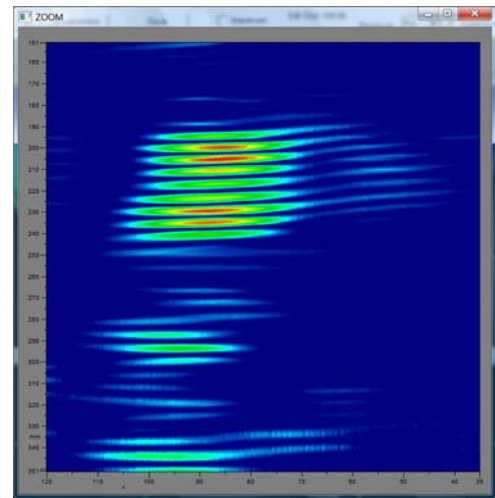
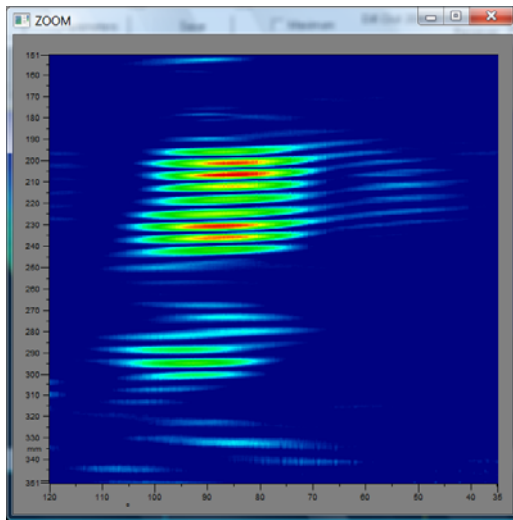
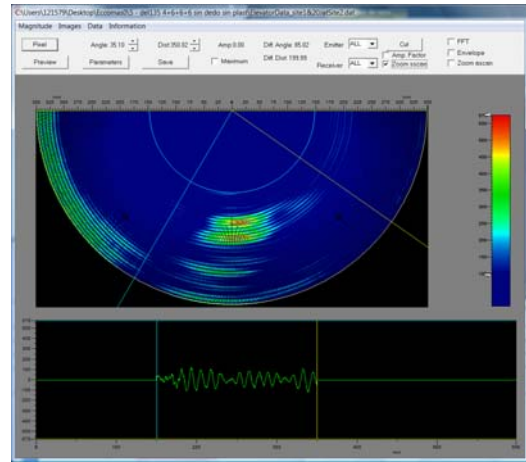
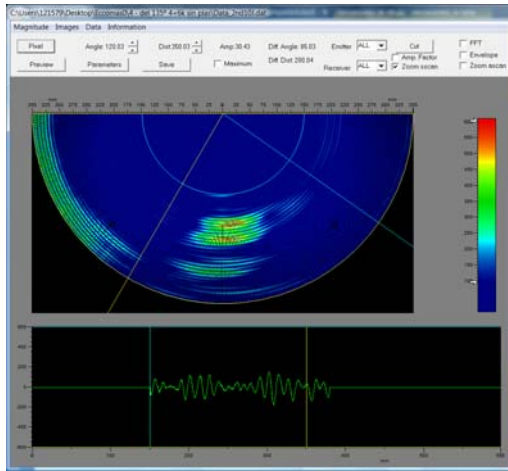


Impacto ~ 5J a 200mm, 90°; sin cambios significativos.

2x impactos ~ 5J a 200mm, 90°. Incremento del nivel de señal en la zona de impacto, disminución y desplazamiento de la señal del rigidizador (~280mm, 95°)

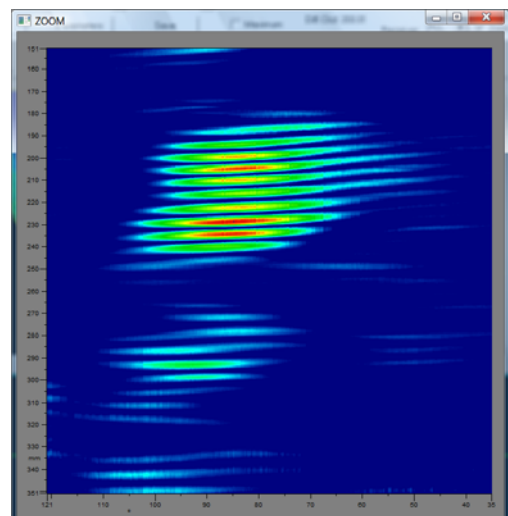
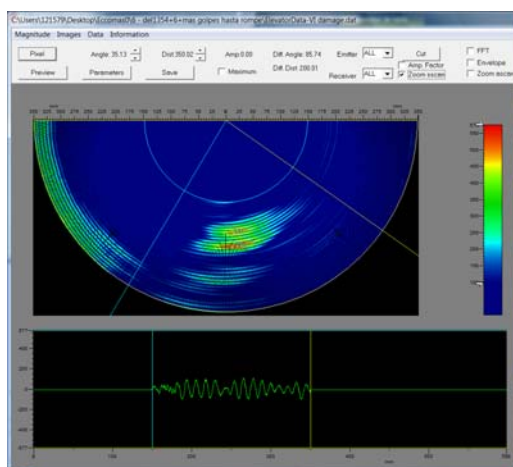


2x impactos ~ 5J a 200mm, 90° más impacto ~ 5J at 150mm, 45°. Ocurre un incremento en el indicio del primer impacto (blanco), además de signos de un segundo (rosa).



2x impactos ~5J a 200mm, 90° más 2x impactos ~5J a 150mm, 45°. Otra vez los indicios tienden a desplazarse hacia las inmediaciones del rigidizador.

2x impactos ~5J a 200mm, 90° más 4x impactos ~5J alrededor de 150mm, 45°. Aparecen novedades en los 100°, en el sector de 350mm, bastante lejos de su ubicación real.



2x impactos ~5J a 200mm, 90° más impactos sobre los 150mm, 45° hasta que el daño es visualmente etectable.

4. CONCLUSIONES

El estudio en cuestión muestra que la aplicación de phased array para monitorizar paneles rigidizados fabricados en material compuesto acarrea problemas adicionales, si se compara con la aplicación a estructuras metálicas remachadas. Dichas limitaciones están relacionadas fundamentalmente con las propiedades de continuidad, mayor amortiguamiento y naturaleza anisótropa de las estructuras de material compuesto. Para obtener una adecuada visualización de resultados, dada la señal “completa” de respuesta para una estructura real, se fija el umbral mínimo en el valor mínimo de la envolvente de la señal.

Los rigidizadores pegados constituyen una barrera aparentemente impenetrable para las ondas elásticas, al menos con los niveles de energía que se han usado en los ensayos. Por ello se requieren más transductores para monitorizar un área concreta, en comparación con los necesarios en estructuras metálicas remachadas; como mínimo uno por cada zona delimitada por los rigidizadores (at this stage). También se pueden ocasionar distorsiones significativas de la señal debidas al carácter direccional y anisótropo del material compuesto.

Estas distorsiones se pueden ver parcialmente suavizadas mediante modificaciones en el software, y se está realizando un esfuerzo considerable enfocado al desarrollo de herramientas de comparación diferencial, mediante las cuales se espera resolver este problema. La influencia de fuertes reflexiones en dicho enfoque todavía se ha de determinar. Los larguerillos co-curados constituyen caminos adicionales para la transmisión de ultrasonidos, haciendo difícil determinar si ha aparecido una novedad en el larguerillo o en el panel, a una distancia inferior al espesor del larguerillo.

Desde los análisis iniciales de los ensayos con el timón de profundidad, parece ser que la probabilidad de detección depende más del tamaño del daño que de su energía. Las delaminaciones inducen variaciones en la señal en la ubicación del impacto, pero también lo hacen en otras zonas de las estructuras. Este hecho se acentúa para direcciones con gran ángulo, aunque elementos altamente intrusivos como los cortes para bisagras producen ecos en las ubicaciones correctas.

En resumen, este artículo muestra que phased array todavía es una herramienta válida para la monitorización de estructuras de material compuesto de pared delgada, aunque se tienen que resolver problemas importantes relacionados con las peculiaridades del material compuesto antes de que dicho sistema se pueda considerar tan fiable como lo es para estructuras metálicas remachadas.

5. AGRADECIMIENTOS

Se agradece especialmente el respaldo (financiación) proporcionado por el contrato AST-CT-2004-502725 del EU FP6.

6. REFERENCIAS

- Azar, L.; Shi, Y. and Wooh, S. C. (2000), “Beam focusing behavior of linear phased arrays”, *NDT&E International*, (33), 189-198.
- Giurgiutiu, V. (2003), “Embedded NDE with Piezoelectric Wafer Active Sensors in Aerospace Applications”, *Journal of Materials (JOM)*, Online special issue on Nondestructive Evaluation, January.
- Giurgiutiu, V. and Cuc, A. (2005) “Embedded Non-destructive Evaluation for Structural Health Monitoring, Damage Detection, and Failure Prevention”, *The Shock and Vibration Digest*, 2(37), 83-106.
- Kawiecki, G.; Peña-Macías, J.; Pérez Melguizo, C. and Martínez-Oña, R. (2006) “Built-in health monitoring systems for safety improvement and maintenance cost reduction,” *International Congress on Innovative Solutions for the Advancement of the Transport Industry*, San Sebastian, Spain, October, 4-6.
- Peña, J.; Melguizo, C. P.; Martínez-Oña, R.; Ullate, Y. G.; de Espinosa F. M. and Kawiecki, G. (2006), “Advanced Phased Array System for Structural Damage Detection”, Ed. Alfredo Güemes, *Proceedings of the Third European Workshop on Structural Health Monitoring*, Granada, Spain, July 5-7, Spain, 293.

EDITORIAL	◆
CONFERENCIAS INVITADAS	◆
FRACTURA DE MATERIALES BIOLÓGICOS Y BIOMATERIALES	◆
FRACTURA DE MATERIALES CERÁMICOS Y PÉTREOS	◆
FRACTURA DE MATERIALES METÁLICOS	◆
FRACTURA DE MATERIALES POLÍMEROS	◆
FATIGA E INTERACCIÓN CON EL MEDIO AMBIENTE	◆
MÉTODOS ANALÍTICOS Y NUMÉRICOS	◆
SEGURIDAD Y DURABILIDAD DE ESTRUCTURAS	◆
TÉCNICAS EXPERIMENTALES	◆
APLICACIONES Y CASOS PRÁCTICOS EN INGENIERÍA	◆
ÍNDICE TEMÁTICO	◆
ÍNDICE DE AUTORES	◆

RELACIÓN ENTRE LA RESISTENCIA A COMPRESIÓN OBTENIDA CON PROBETAS CÚBICAS Y CILÍNDRICAS DE VARIOS TAMAÑOS EN HORMIGONES DE ALTA RESISTENCIA

J. R. del Viso, G. Ruiz, J. R. Carmona, R. Porras-Soriano

E.T.S. Ingenieros de Caminos, Canales y Puertos, Universidad de Castilla-La Mancha
Avenida Camilo José Cela s/n, 13071 Ciudad Real, España.

E-mail: Javier.RdelViso@uclm.es

Tfno.: 926 29 53 00 Ext. 6311. Fax: 926 29 53 91

Resumen. Este estudio es continuación de un trabajo previo realizado con un único hormigón de alta resistencia (J.R. del Viso et al., Shape and size effects on the compressive strength of high-strength concrete, Cem. & Concrete Res. (2007), doi: 10.1016/j.cemconres.2007.09.020). En él dedujimos, a partir de la ley de efecto de escala para elementos sin entalla propuesta por el Prof. Bažant, una expresión que relaciona la resistencia a compresión medida con probetas cúbicas de cualquier tamaño con la obtenida con una probeta cilíndrica de 15 x 30 cm (diámetro x altura), que es la recomendada por la normativa para hormigón convencional. En este caso, tratamos de comprobar si la expresión se cumple para seis nuevos hormigones de alta resistencia diseñados para obtener prestaciones especiales como, por ejemplo, no mostrar apenas retracción o ser un hormigón ligero. Para ello, caracterizamos mecánicamente cada uno de los hormigones, incluyendo sus propiedades en fractura, y así obtener sus longitudes características de acuerdo con el modelo de fractura cohesivo. Asimismo, ensayamos probetas cilíndricas y cúbicas de diferentes tamaños para obtener los valores correspondientes de resistencia a compresión y poder validar la expresión propuesta. Los resultados muestran que el efecto de escala de cada hormigón se describe adecuadamente por dicha expresión y, por tanto, confirmamos que tiene una gran utilidad tecnológica.

Abstract. This study follows a previous work on the same topic by J.R. del Viso et al. (J.R. del Viso et al., Shape and size effects on the compressive strength of high-strength concrete, Cem. & Concrete Res. (2007), doi: 10.1016/j.cemconres.2007.09.020). Where it was derived from the size effect law for unnotched specimens proposed by Prof. Bažant, an expression that relates the compression strength measured by testing cubical specimens of any size with the one obtained with a cylinder specimen of 15 x 30 cm (diameter x height), which is the type of specimen recommended by concrete standards. In this case, we try to verify if the expression is fulfilled for six new high strength concretes designed to obtain special properties like, for example, not to show any shrinkage or to be a light concrete. For that purpose, we characterized each concrete, including its properties in fracture, and therefore obtained its characteristic lengths in agreement with the cohesive fracture model. Also, we tested cylindrical and cubical specimens of different sizes to obtain their compressive strength and so to validate the proposed expression. The results show that the size effect of each concrete is properly described by that formula and, therefore, we can confirm that it is of use in concrete technology.

Áreas temáticas propuestas: Casos prácticos y Aplicaciones Prácticas en Ingeniería.

Palabras clave: Hormigón de alta resistencia, efecto de escala, efecto de la forma, resistencia a compresión.

1. INTRODUCCIÓN

Para caracterizar un hormigón el ensayo más utilizado es el ensayo a compresión simple del material [1], debido a que es económico y relativamente fácil de realizar. En una investigación anterior [2] hemos deducido a partir de la ley de efecto de escala para elementos sin entalla de Bažant [3], una expresión que depende de la longitud característica del material [4] y que nos permite determinar la resistencia a compresión estándar a partir de la resistencia obtenida mediante el ensayo a compresión de una probeta cúbica de cualquier tamaño [5]. Tratamos en este caso de ampliar el estudio a seis nuevos hormigones de alta resistencia. Cada uno de ellos está diseñado por prestaciones para obtener una

propiedad especial. Por ejemplo, hay desde un hormigón de alta resistencia sin retracción hasta otro fabricado con áridos ligeros. Así, queremos comprobar si la expresión propuesta en [2] se puede extender a estos seis nuevos hormigones de alta resistencia para confirmar que tiene utilidad tecnológica.

Este artículo tiene el siguiente esquema. En la sección 2 presentamos el planteamiento de la campaña experimental realizada. En la sección 3 exponemos la metodología y resultados de la caracterización del material. En la sección 4 describimos el programa experimental. En la sección 5 presentamos los resultados obtenidos de los ensayos de compresión. En la sección 6 comprobamos la validez de la formulación propuesta para

relacionar la resistencia obtenida mediante probetas cilíndricas y cúbicas para los seis hormigones en estudio. Y por último, en la sección 7, extraemos las conclusiones más relevantes del estudio realizado.

2. PLANTEAMIENTO DE LA CAMPAÑA EXPERIMENTAL

La campaña de ensayos fue planteada para estudiar el rango de validez de una expresión, propuesta en un estudio anterior [2] para un hormigón de alta resistencia, y que relaciona la resistencia a compresión en condiciones estándar entre probeta cilíndrica y cúbica de cualquier tamaño. La expresión es:

$$\sigma_N = \sigma_\infty \sqrt{1 + \frac{B}{\beta_H}} \quad (1)$$

donde σ_∞ es la tensión de rotura teórica de una probeta de tamaño infinito y σ_N es la tensión nominal máxima (carga soportada dividida del área de la probeta) que soporta una probeta cúbica de lado L . B es una constante que depende de las propiedades en fractura del material y de la forma de las probetas, pero no del tamaño. El valor de esta constante se determina a partir de los resultados experimentales. β_H es el denominado número de fragilidad de Hillerborg [6]. Se evalúa como la relación entre una dimensión representativa del elemento estructural, representada en nuestro caso por el lado del cubo, L , y la longitud característica del material, l_{ch} . La ecuación (1) también se puede escribir como:

$$f_c = \sigma_{cub} \sqrt{\frac{L}{L + L_c}} \quad (2)$$

donde L es el lado del cubo, L_c es una constante empírica que depende del material, y es igual a $B l_{ch}$, σ_{cub} es la tensión nominal de una probeta cúbica de lado L (σ_N en Eq. (1)) y f_c es la resistencia a compresión obtenida con cilindros estándar de 150×300 mm (diámetro \times altura). En la Eq. (2) se identifica el valor de f_c con σ_∞ debido a que la resistencia a compresión obtenida con cilindros en [2] no mostraba efecto de escala.

Vamos ahora a validar esta expresión con seis nuevos hormigones de alta resistencia, cada uno de ellos diseñado por prestaciones para obtener una propiedad especial. En la Tabla 1 presentamos la nomenclatura adoptada para cada uno de ellos. Indicamos también la prestación de diseño. Por ejemplo, el H03 es un hormigón de alta resistencia sin retracción.

Tabla 1. Nomenclatura de los hormigones.

Nomenclatura	Prestación de diseño
H01	Fabricado en planta
H02	Bombeable a gran altura
H03	Sin retracción
H06	Alta resistencia inicial
H08	Ligero
H09	Pesado

Las geometrías ensayadas se muestran en la Fig. 1. Cada una de las probetas se identifica por una letra, D en el caso probetas cilíndricas y C para las cúbicas. Esta letra va seguida de un número que depende del tamaño de la probeta. Por ejemplo, la denominación C0 hace referencia a una probeta cúbica de 150 mm de lado.

3. CARACTERIZACIÓN DEL MATERIAL

En la Tabla 2 mostramos los componentes más importantes de cada hormigón. El diseño y la fabricación de los hormigones ha sido realizada por Composites ID en su planta de Alpedrete (Madrid). Todas las probetas, tras ser desmoldadas y, en su caso, rectificadas, fueron conservadas durante 4 semanas en una cámara húmeda a 20°C y 96% de humedad.

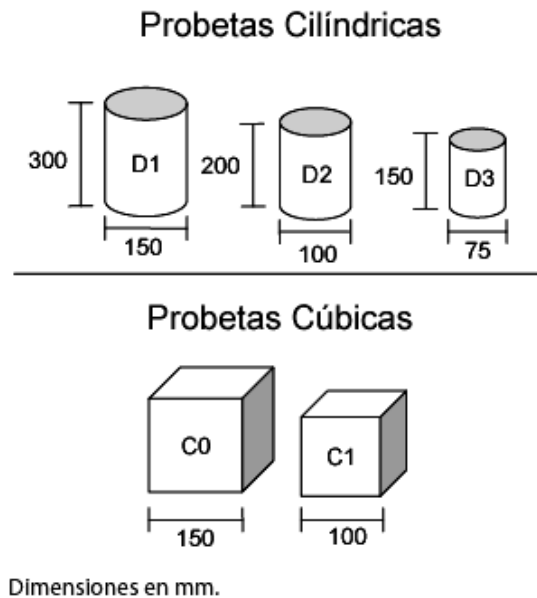


Fig. 1. Geometría de las probetas ensayadas.

Para caracterizar el material, hemos realizado ensayos siguiendo las recomendaciones que a continuación citamos, excepto en lo que respecta al tamaño de las probetas. Hemos realizado ensayos de módulo de elasticidad de acuerdo con las especificaciones expuestas en la ASTM C 469-94. Para determinar la resistencia a tracción del hormigón, hemos realizado ensayos de

tracción indirecta (brasileños), siguiendo las recomendaciones establecidas por la Norma ASTM C 496-96.

Para obtener las propiedades en fractura del hormigón se realizaron ensayos de flexión en tres puntos con probetas de hormigón en masa entalladas. El método utilizado es el recomendado por el comité RILEM TC50 con las mejoras propuestas por Elices, Planas y Guinea (la metodología completa se explica en [6]). En la Tabla 3 mostramos los valores de las propiedades estándar de cada hormigón. También indicamos la longitud característica [4] del material calculada según la expresión (3).

$$l_{ch} = \frac{E_c G_F}{f_t^2} \quad (3)$$

Donde E_c es el módulo de elasticidad, G_F es la energía de fractura y f_t es la resistencia a tracción indirecta.

Tabla 2. Composición de cada hormigón.

	Tipo de árido	T _{máx} de árido (mm)	Relación a/c	Tipo de cemento
H01	Silíceo	20	0.23	I 52.5R
H02	Andesita	12	0.33	I 52.5R
H03	Andesita	12	0.32	I 52.5R
H06	Milonita	6	0.30	I 52.5R/Vicalpes R
H08	Arlita	10	0.16	I 52.5R
H09	Barita	10	0.26	I 52.5R

Tabla 3. Propiedades mecánicas de cada hormigón.

	f_t (MPa)	E_c (GPa)	G_F (N/m)	l_{ch} (mm)
H01	6.3	31.6	200.2	160
H02	5.8	29.8	108.4	97
H03	6.1	33.8	125.7	115
H06	4.9	33.8	213.4	303
H08	3.0	20.4	100.4	225
H09	3.7	33.9	137.5	333

4. PROGRAMA EXPERIMENTAL

Además, hemos realizado, en colaboración con Composites ID, ensayos de compresión en condiciones estándar de acuerdo con las recomendaciones de la ASTM C 39-01 sobre probetas cilíndricas y cúbicas. Las geometrías ensayadas se muestran en la Figura 1. La máquina de ensayos utilizada ha sido una prensa estática de 5000 MN. Los ensayos se han realizado a

una velocidad de deformación de $6.7 \times 10^{-6} \text{ s}^{-1}$ en control de posición.

5. RESULTADOS

En la Tabla 4 mostramos los valores de la resistencia a compresión medida para cada tipo de probeta ensayada y para cada hormigón. Los resultados son la media de al menos seis ensayos.

Tabla 4. Resistencia a compresión media de cada hormigón según el tipo de probeta.

	σ_c (MPa)				
Probeta	D1	D2	D3	C0	C1
H01	89.4	89.6	92.7	102.1	106.7
H02	86.8	85.7	94.7	90.7	96.9
H03	86.6	90.7	102.1	98.9	100.8
H06	73.1	76.0	75.4	74.2	87.8
H08	61.8	64.3	65.0	67.9	70.5
H09	64.4	62.1	63.6	68.2	73.8

6. RELACIÓN ENTRE LA RESISTENCIA A COMPRESIÓN EN FUNCIÓN DE LA FORMA Y DEL TAMAÑO DE LA PROBETA

En este apartado vamos a estudiar el rango de validez de la expresión (1) para los hormigones de alta resistencia que hemos ensayado en esta campaña experimental.

Tabla 5. Cálculo de los parámetros de ajuste.

	$\sigma_{\infty C}$ (MPa)	$\sigma_{\infty D}$ (MPa)	σ_{∞} (MPa)	B
H01	99.2	85.3	88.8	0.32
H02	76.8	76.2	76.5	0.63
H03	95.0	68.1	81.6	0.51
H06	52.8	71.3	62.1	0.29
H08	62.4	58.7	60.6	0.16
H09	55.3	64.6	60.0	0.15

Para ello, vamos a calcular σ_{∞} –que es la tensión máxima de carga de una probeta de lado infinito y cuyo valor es, por tanto, independiente del tamaño– para cada hormigón a partir de los ensayos realizados para las probetas cúbicas y cilíndricas. Tomamos σ_{∞} como la media de $\sigma_{\infty C}$, que es la tensión máxima soportada por una probeta cúbica de lado infinito y que obtenemos mediante un ajuste por mínimos cuadrados de la Eq. (1) a las resistencias dadas por los cubos (Tabla 4), y $\sigma_{\infty D}$, que es la tensión máxima soportada por una probeta cilíndrica de lado infinito, y que, de nuevo, sale de ajustar la Eq. (1) a los datos de los cilindros (Tabla 4).

A partir del cálculo de σ_∞ y teniendo en cuenta la Eq. (1), afinamos el ajuste del parámetro B para las probetas cúbicas. La Tabla 5 ordena los parámetros calculados de $\sigma_{\infty C}$, $\sigma_{\infty D}$, σ_∞ y B . La Fig. 2 muestra el efecto del tamaño experimental en la resistencia a compresión de los cubos junto a la curva analítica dada por la Eq. (1) en la que B es un valor medio que optimiza el ajuste de todos los cubos considerados conjuntamente.

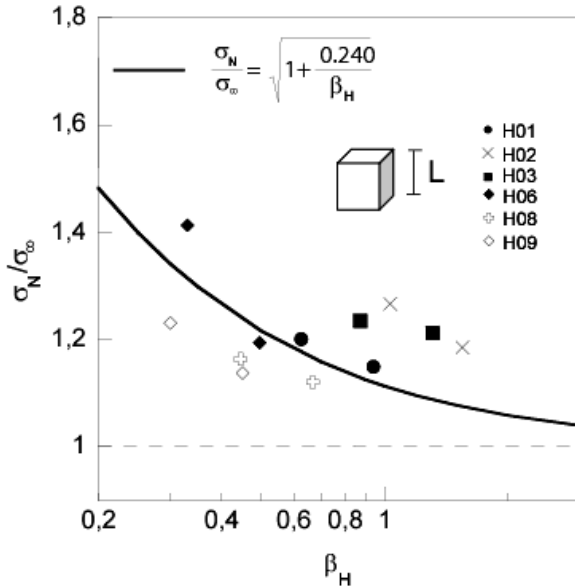


Fig. 2. Efecto del tamaño en carga máxima.

Es destacable, en primer lugar, que en los hormigones H01, H02, H08 y H09 realmente parece que σ_∞ es independiente del tipo de probeta, ya que los valores de $\sigma_{\infty C}$ y $\sigma_{\infty D}$ son relativamente parecidos. En el caso de los hormigones H03 y H06 los $\sigma_{\infty C}$ y $\sigma_{\infty D}$ que se obtienen son bastante diferentes, lo cual podría indicar que σ_∞ sea sensible a la geometría. No obstante, hemos seguido con ellos el mismo procedimiento que en los primeros. En segundo lugar, el parámetro B parece ser función de la longitud característica, l_{ch} . El mejor ajuste, con un coeficiente de correlación de Pearson de 0.94, es una hipérbola equilátera:

$$B = \frac{L_\infty}{l_{ch}} \quad (4)$$

Donde L_∞ es una constante que vale 55 mm. Si introducimos la Eq. (4) en la Eq. (1) y la reordenamos para expresarla como la Eq. (2) tenemos:

$$\sigma_\infty = \sigma_{cub} \sqrt{\frac{L}{L + L_\infty}} \quad (5)$$

Con esta ecuación se puede calcular σ_∞ , es decir, la resistencia a compresión teórica para un tamaño infini-

to, conociendo σ_{cub} , que es la resistencia a compresión obtenida con un cubo de lado L ; L_∞ es la misma constante que en la Eq. (4) y vale 55 mm. La Eq. (5) es válida para hormigones con características representadas por los de este estudio, es decir, hormigones de alta resistencia con longitudes características entre los 100 y los 300 mm.

Desde un punto de vista tecnológico, el valor de la resistencia a compresión estándar obtenido con la probeta D1, f_c , es más interesante que σ_∞ . Si utilizamos el formato de la Eq. (2) para hacer una regresión directa de los resultados experimentales, obtenemos que L_c vale 30 mm. La Fig. 3 representa los resultados de dicha ecuación comparados con los experimentales.

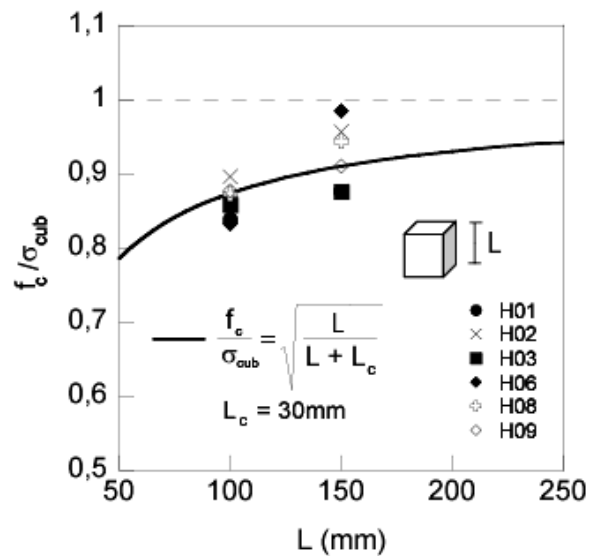


Fig. 3. Ley de efecto de escala. Cálculo de L_c a partir de los datos experimentales obtenidos.

7. CONCLUSIONES

Este artículo presenta los resultados de una reciente campaña experimental con el objeto de estudiar el rango de validez de una expresión que dedujimos en un estudio anterior y que relaciona la forma y el tamaño de probeta con la resistencia a compresión, f_c , de hormigones de alta resistencia. Estudiamos seis hormigones de alta resistencia diseñados por prestaciones tales como la ausencia de retracción o de segregación al ser bombeado. El valor de la velocidad de deformación media se ha mantenido constante en todos los ensayos.

Los resultados obtenidos muestran la existencia de un efecto de escala muy claro en el caso de las probetas cúbicas. En las probetas cilíndricas el valor medio de la tensión en carga máxima también ha variado, pero su

efecto de escala es más suave que el de las probetas cúbicas.

En particular, hemos obtenido la expresión analítica que representa el efecto de escala de los cubos referida a la resistencia a compresión teórica para un tamaño muy grande. También ofrecemos una expresión para calcular la resistencia a compresión estándar –obtenida a partir de los cilindros de 150×300 mm (diámetro \times altura)– en función de la resistencia procedente del ensayo de cubos de cualquier tamaño.

AGRADECIMIENTOS

Los autores agradecen la ayuda económica recibida de la Junta de Comunidades de Castilla-La Mancha (Convocatoria 2007) y de la empresa OHL (proyecto 011.41758).

BIBLIOGRAFÍA

- [1] S. Mindess, J. F. Young, D. Darwin, Concrete, Prentice Hall, Pearson Education, Inc. United States of America, 2003.
- [2] J.R. del Viso et al., Shape and size effects on the compressive strength of high-strength concrete, *Cement and Concrete Research*, doi: 10.1016/j.cemconres.2007.09.020, (2007).
- [3] S. P. Shah, R. Sankar, Internal cracking and strain-softening response of concrete under uniaxial compression, *ACI Materials Journal* 84 (3), 200–212 (1987).
- [4] P. E. Petersson, Crack Growth and Development of Fracture Zones in Plain Concrete and Similar Materials, Report No. TVBM-1006, Division of Building Materials, Lund Institute of Technology, Lund, Sweden, 1981.
- [5] S. Choi, K. C. Thienel, S. P. Shah, Strain softening of concrete in compression under different end constraints, *Magazine of Concrete Research* 48 (175), 103–115 (1996).
- [6] Z. P. Bažant, J. Planas, Fracture Size Effect in Concrete and Other Quasibrittle Materials, CRC Press, Boca Raton, 1998.

MODELIZACIÓN DEL AVANCE DE FISURAS SUPERFICIALES EN ALAMBRES SOMETIDOS A CARGAS CÍCLICAS

J.C. Matos¹, B. González², J. Escuadra¹, J. Toribio²

¹ Departamento de Informática y Automática (Universidad de Salamanca),
E.P.S., Campus Viriato, Avda. Requejo, 33,
49022 Zamora. España.
Correo-e: jcmatos@usal.es

² Ingeniería de Materiales (Universidad de Salamanca),
E.P.S., Campus Viriato, Avda. Requejo, 33,
49022 Zamora. España.
Correo-e: bgonzalez@usal.es

RESUMEN

Este artículo muestra la evolución del frente de una fisura superficial en alambres constituidos de diversos materiales (determinados por el exponente m de la ley de Paris), sometidos a cargas de tracción (con extremos libres y constreñidos) o cargas de flexión. Para ello se ha realizado una modelización basada en la discretización del frente de fisura (caracterizado de forma elíptica) y el avance de fisura en cada punto de forma perpendicular a dicho frente, de acuerdo con la ley de Paris-Erdogan. Cada caso analizado se ha caracterizado mediante la variación del factor de intensidad de tensiones adimensional máximo y mínimo sobre el frente, la flexibilidad adimensional y el número de ciclos adimensional durante el avance del frente de fisura.

ABSTRACT

This paper shows the evolution of the surface crack front in wires constituted of different materials (determined by the exponent m of the Paris law), subjected to tension (with fixed and constrained ends) or bending. To this end, a numerical modelling on the basis of a discretization of the crack front (characterized with elliptical shape) and the crack advance at each point perpendicular to such a front, according to a Paris-Erdogan law. Each analyzed case was characterized by the variation of the maximum and minimum dimensionless stress intensity factor at the front, the dimensionless compliance and the dimensionless number of cycles during the advance of the crack front.

PALABRAS CLAVE: Modelización numérica, Propagación de fisuras por fatiga, Cilindro fisurado.

1. INTRODUCCIÓN

El problema de la propagación de fisuras por fatiga en geometrías cilíndricas tiene gran interés en Mecánica de Fractura, debido a que es una de las geometrías que se produce con más frecuencia en los elementos estructurales de tipo lineal. Estos componentes, sometidos frecuentemente a tracción o flexión con oscilaciones de carga, pueden acabar fracturándose, generalmente después del crecimiento por fatiga de fisuras superficiales con forma semielíptica contenidas en un plano perpendicular al eje axial.

Para la caracterización del crecimiento de fisuras por fatiga en estas geometrías se siguen diversos criterios, siendo el más utilizado el basado en la ley de Paris-Erdogan [1-5], el cual requiere el conocimiento del factor de intensidad de tensiones (FIT) adimensional, Y , a lo largo del frente de fisura. Éste ha sido deducido por distintos procedimientos: método de flexibilidad, elementos finitos, análisis de la integral de contorno, técnicas experimentales, etc. [6-10].

2. MODELIZACIÓN NUMÉRICA

Con el propósito de estudiar la propagación de una fisura contenida en la sección transversal de una barra cilíndrica sometida a carga cíclica de tracción axial o de flexión, se ha desarrollado un programa en lenguaje Java que permite determinar la evolución geométrica del frente de fisura, el valor del FIT adimensional máximo y mínimo en el frente, la flexibilidad adimensional y el número de ciclos adimensional.

2.1. Evolución del frente de fisura

Como hipótesis de partida para esta modelización se ha considerado que es posible caracterizar el frente de fisura como una elipse con centro en el borde de la varilla [11], y que la propagación por fatiga ocurre en la dirección perpendicular a dicho frente conforme a la ley de Paris-Erdogan [12],

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

Cada arco de elipse de la fisura se dividió en z segmentos de igual longitud empleando el método de Simpson, con el fin de discretizar el frente. El punto situado en el borde del alambre no se tuvo en cuenta, debido a que presenta algunas dificultades en el cálculo del FIT adimensional (existe un estado de tensión plana en el borde de la fisura). A continuación se desplazó cada punto de acuerdo a la ley de Paris-Erdogan de forma perpendicular al frente y de manera que el incremento máximo, $\Delta a(\max) \equiv \max \Delta a_i$, se mantuviera constante [13]. El avance de cada punto del frente, Δa_i , se puede obtener a partir del incremento de fisura máximo y de la relación entre los FIT adimensionales,

$$\Delta a_i = \Delta a(\max) \left[\frac{Y_i}{Y(\max)} \right]^m \quad (2)$$

Los nuevos puntos obtenidos, ajustados con el método de los mínimos cuadrados [11], proporcionan una nueva elipse con la que se vuelve a repetir todo el proceso de forma iterativa hasta llegar a la profundidad de fisura deseada. Debido a la simetría existente, se utilizó únicamente la mitad del problema para los cálculos.

2.2. FIT adimensional

El FIT adimensional utilizado ha sido el obtenido por Shin y Cai [10] a partir del análisis de las tensiones obtenidas mediante elementos finitos y el método de extensión virtual de la fisura, que depende de la geometría de la fisura a/b , la profundidad de la misma a/D y la posición del punto considerado sobre su borde x/h (figura 1).

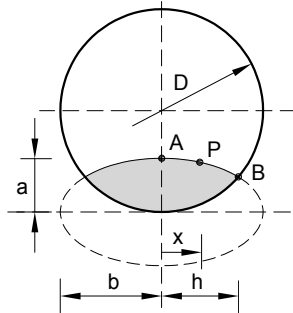


Figura 1. Caracterización de la fisura por Shin y Cai.

El ajuste de los resultados aportan unas expresiones triparamétricas que vienen definidas en función de unos coeficientes M_{ijk} para tracción, que varían según se consideren extremos libres o constreñidos,

$$Y = \sum_{i=0}^2 \sum_{j=0}^7 \sum_{k=0}^2 M_{ijk} \left(\frac{a}{b} \right)^i \left(\frac{a}{D} \right)^j \left(\frac{x}{h} \right)^k \quad (3)$$

y de unos coeficientes N_{ijk} para flexión,

$$Y = \sum_{i=0}^2 \sum_{j=0}^6 \sum_{k=0}^2 N_{ijk} \left(\frac{a}{b} \right)^i \left(\frac{a}{D} \right)^j \left(\frac{x}{h} \right)^k \quad (4)$$

2.3. Cálculo de la flexibilidad adimensional

Para el caso de una barra fisurada sometida a carga de tracción, la densidad de energía de deformación U es posible expresarla a partir de la flexibilidad λ_F o teniendo en cuenta la equivalencia entre la tasa de liberación de la energía G y el factor de intensidad de tensiones en deformación plana K . Igualando ambas expresiones, se puede expresar la flexibilidad como [2]:

$$\lambda_F = \frac{32(1-\nu^2)}{\pi D^4 E} \int_0^{a_f} Y_F^2 a da \quad (5)$$

Para resolver esta integral se realizó un cambio de coordenadas cartesianas (x, y) a paramétricas (a, θ) , que se relacionan a través de la expresión:

$$(x, y) = (b(a) \cos \theta, a \sin \theta) \quad (6)$$

Si en la diferencial de área de elipse que modeliza la fisura,

$$dA = dx \wedge dy \quad (7)$$

se introducen las derivadas de las coordenadas (x, y) en función de las nuevas coordenadas (a, θ) , se obtiene:

$$\lambda_F = \frac{64(1-\nu^2)}{\pi D^4 E} \int_0^{a_f} \int_{\arccos \frac{h}{b}}^{\pi/2} f_F \quad (8)$$

donde f_F se define como la flexibilidad adimensional debida a una carga de tracción:

$$f_F = \int_0^{a_f} \int_{\arccos \frac{h}{b}}^{\pi/2} Y_F^2 \frac{a}{D^3} (ab'(a) \cos^2 \theta + b \sin^2 \theta) d\theta da \quad (9)$$

Repetiendo el mismo proceso para el caso de una barra cilíndrica fisurada sometida a una carga de flexión, se obtiene una nueva expresión para la flexibilidad,

$$\lambda_M = \frac{2048(1-\nu^2)}{\pi D^6 E} \int_0^{a_f} Y_M^2 a da \quad (10)$$

y sustituyendo el valor de la diferencial de área,

$$\lambda_M = \frac{4096(1-\nu^2)}{\pi D^3 E} f_M \quad (11)$$

donde f_M es la flexibilidad adimensional producida por una carga de flexión:

$$f_M = \int_0^{a_f} \int_{\arccos \frac{h}{b}}^{\pi/2} Y_M^2 \frac{a}{D^3} (ab'(a) \cos^2 \theta + b \sin^2 \theta) d\theta da \quad (12)$$

Los valores de ambas expresiones de la flexibilidad adimensional se pueden calcular de forma incremental con la propagación de la fisura,

$$f_{F,M} = \sum_i \int_{a_i}^{a_{i+1}} \int_{\arccos \frac{h}{b}}^{\pi/2} R d\theta da \quad (13)$$

empleando la regla del trapecio de acuerdo al esquema de la figura 2, donde cada incremento de fisura se ha dividido en ocho partes cuyos contornos se corresponden con isóneas de las coordenadas (a, θ) .

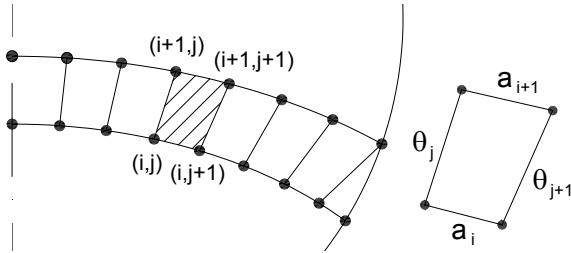


Figura 2. Isóneas en coordenadas (a, θ) .

En el cálculo no se han tenido en cuenta las fisuras inferiores a $a/D=0.067$, mínimas consideradas en las expresiones del FIT de Shin y Cai.

2.4. Cálculo del número de ciclos adimensional

La ecuación que calcula el rango del factor de intensidad de tensiones viene definida por,

$$\Delta K = Y \Delta \sigma \sqrt{\pi a} \quad (14)$$

que introducida en la ley de Paris-Erdogan permite calcular el número de ciclos necesarios para alcanzar una geometría de fisura final partiendo de otra inicial, obteniéndose la expresión,

$$N = \frac{1}{C \Delta \sigma^m \pi^{m/2}} \int_{a_0}^{a_f} \frac{da}{Y^m a^{m/2}} = \frac{n}{C \Delta \sigma^m \pi^{m/2} D^{(m-2)/2}} \quad (15)$$

donde el parámetro n se ha denominado número de ciclos adimensional,

$$n = \int_{a_0}^{a_f} \frac{da}{\frac{Y^m}{D^{(m-2)/2}} a^{m/2}} \quad (16)$$

El cálculo se ha realizado en el punto central de la fisura ($x/h=0$), de forma que el FIT adimensional se convierte en biparamétrico. La integral se ha resuelto de forma incremental mediante la regla del trapecio,

$$n = \sum_i \frac{a_{i+1} - a_i}{2} D^{(m-2)/2} \left(\frac{1}{Y_i^m a_i^{m/2}} + \frac{1}{Y_{i+1}^m a_{i+1}^{m/2}} \right) \quad (17)$$

3. RESULTADOS NUMÉRICOS Y DISCUSIÓN

3.1. Evolución del frente de fisura

Se realizó un estudio de convergencia para obtener el número mínimo de segmentos en los que dividir cada elipse y el valor del incremento máximo de fisura [13]. La evolución geométrica del frente de fisura, caracterizado como parte de elipse, se ha determinado para cada profundidad de fisura relativa, a/D , a través de la relación de aspecto, a/b (figuras 3 a 5).

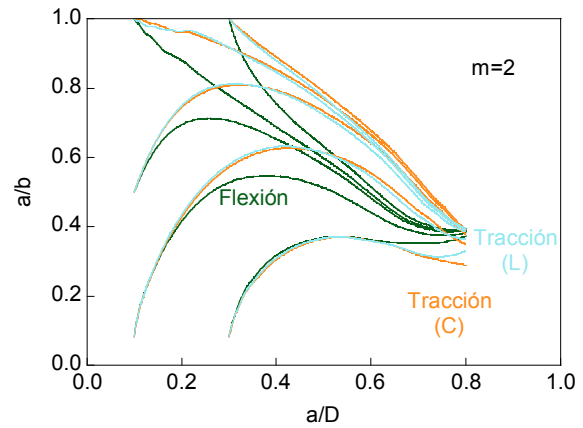


Figura 3. Relación de aspecto ($m=2$).

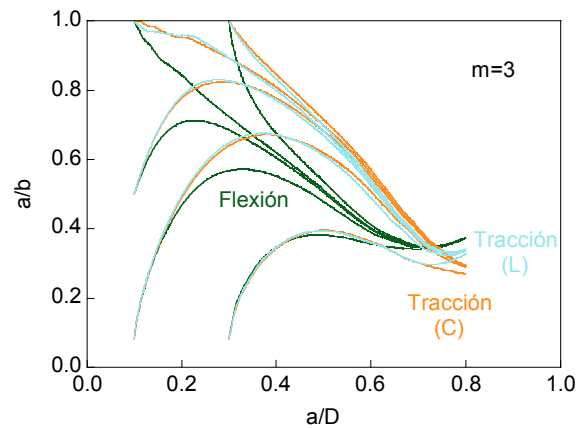


Figura 4. Relación de aspecto ($m=3$).

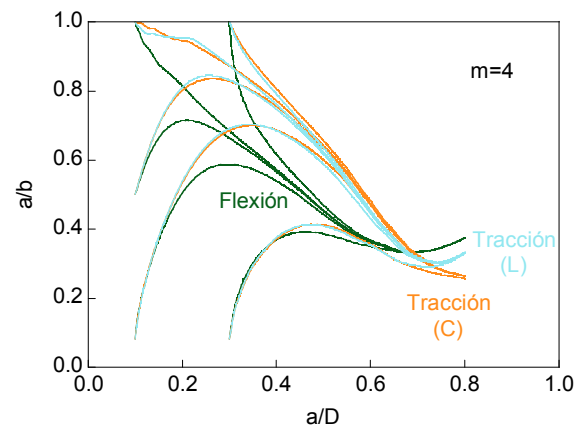


Figura 5. Relación de aspecto ($m=4$).

3.2. FIT adimensional

En general, el valor del FIT adimensional crece a medida que lo hace la profundidad de fisura relativa para las condiciones consideradas, tendiendo a converger para las distintas geometrías de fisura inicial (figuras 6 a 11). Además la convergencia es mayor para la carga de flexión que para la de tracción

El FIT adimensional para tracción con extremos libres es mayor que para constreñidos, siendo más apreciable a partir de una profundidad de fisura de la mitad del diámetro y siendo esta diferencia de más del doble para la profundidad última representada ($0.8D$).

Para la carga de flexión el FIT adimensional tiene un valor menor que si la carga fuese de tracción (desde profundidades de fisura relativas pequeñas), situándose siempre por debajo del caso de carga de tracción con extremos constreñidos.

El FIT adimensional máximo (figuras 6 a 8) muestra también una mayor convergencia que el FIT adimensional mínimo (figuras 9 a 11), siendo este hecho más apreciable en tracción que en flexión. A medida que el parámetro m característico del material es mayor existe una mejor convergencia en los resultados para las distintas geometrías iniciales, tanto del FIT máximo como del mínimo, a lo largo del frente.

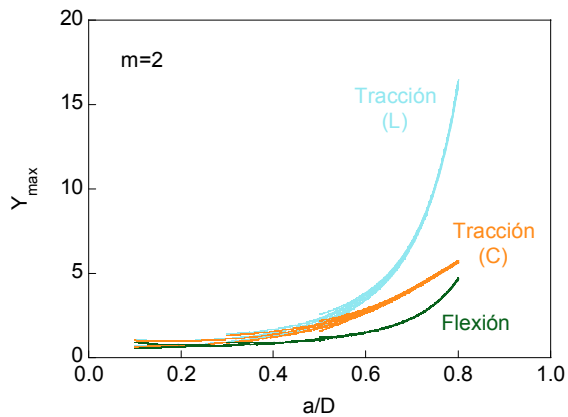


Figura 6. FIT adimensional máximo ($m=2$).

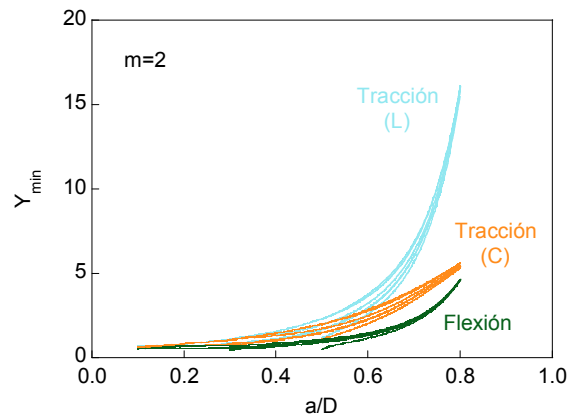


Figura 9. FIT adimensional mínimo ($m=2$).

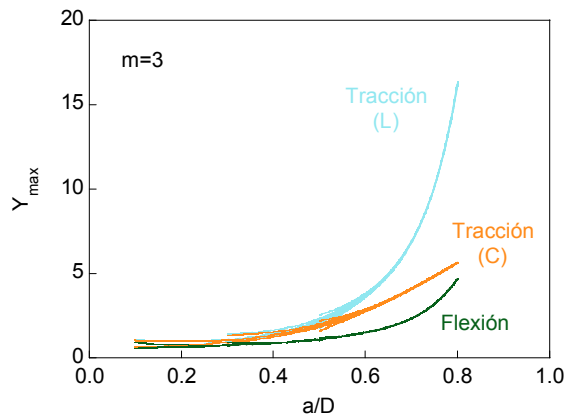


Figura 7. FIT adimensional máximo ($m=3$).

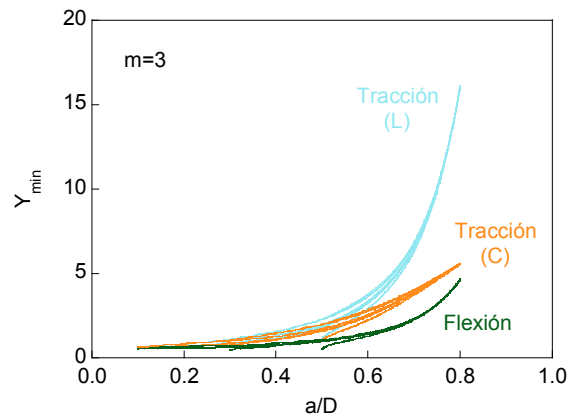


Figura 10. FIT adimensional mínimo ($m=3$).

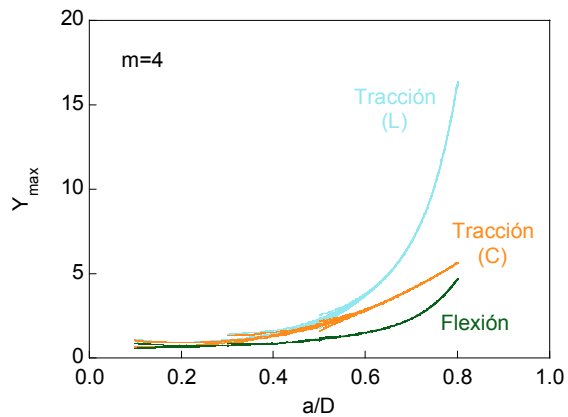


Figura 8. FIT adimensional máximo ($m=4$).

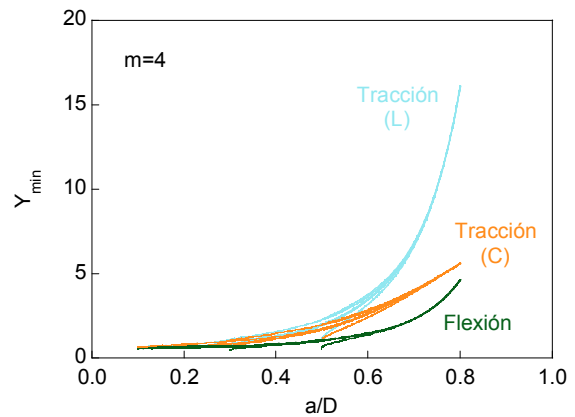


Figura 11. FIT adimensional mínimo ($m=4$).

3.3. Flexibilidad adimensional

Para carga de tracción, los valores de la flexibilidad son similares hasta aproximadamente la mitad de la probeta (figuras 12 a 14), a partir de la cual para extremos libres crecen mucho más que para constreñidos, llegando a ser hasta tres veces mayor para la profundidad de $0.8D$. En flexión la flexibilidad tiene valores menores [14], llegando a ser la mitad que para tracción con extremos constreñidos en el punto último estudiado ($a/D=0.8$). Las curvas presentan una menor dispersión para flexión que para tracción, y para profundidades de fisura $\sim 0.8D$ menor en extremos libres que en constreñidos. También se observa como a medida que el coeficiente m crece la convergencia en la flexibilidad es mayor.

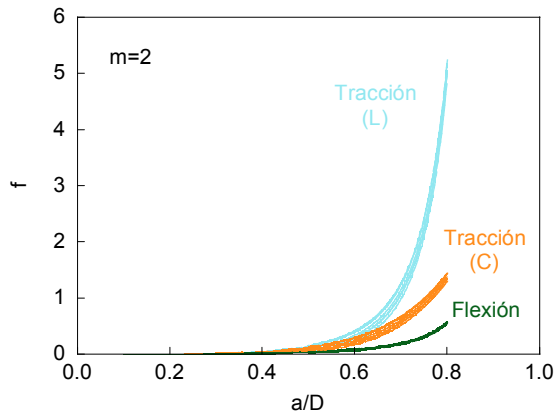


Figura 12. Flexibilidad adimensional ($m=2$).

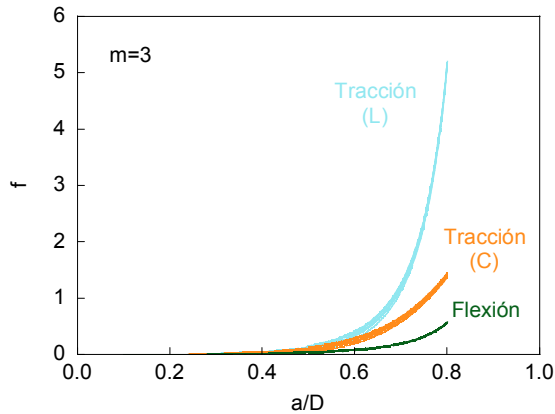


Figura 13. Flexibilidad adimensional ($m=3$).

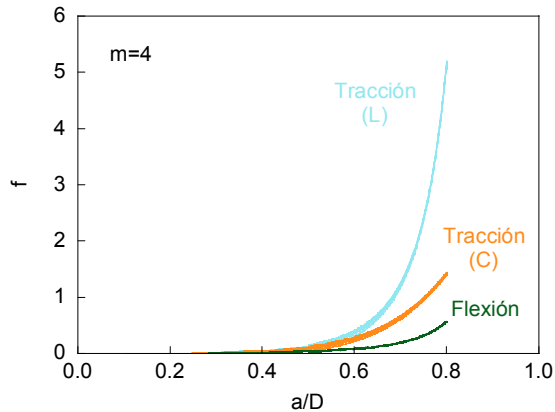


Figura 14. Flexibilidad adimensional ($m=4$).

3.4. Número de ciclos adimensional

El número de ciclos necesarios para la propagación de una misma profundidad de fisura inicial es mayor (aproximadamente el doble) para geometrías de frente circular que aproximadamente recto (figuras 15 a 17). El primer tramo del crecimiento es el más importante en la determinación del número de ciclos, ya que es donde más diferencias geométricas existen en la propagación de las distintas fisuras iniciales. El número de ciclos para que la fisura crezca hasta una profundidad determinada con las mismas condiciones de ensayo es mayor en flexión que para tracción, precisando para extremos constreñidos un valor algo mayor que para extremos libres.

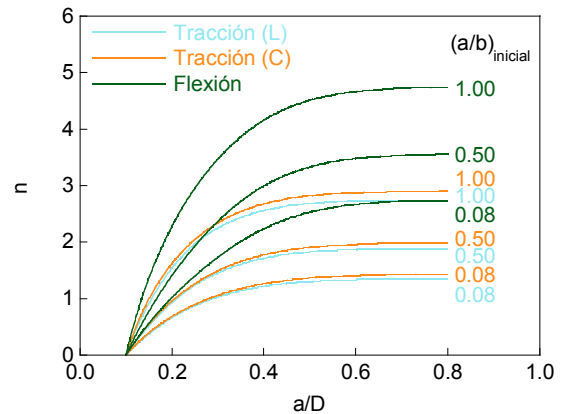


Figura 15. Número de ciclos adimensional ($m=2$).

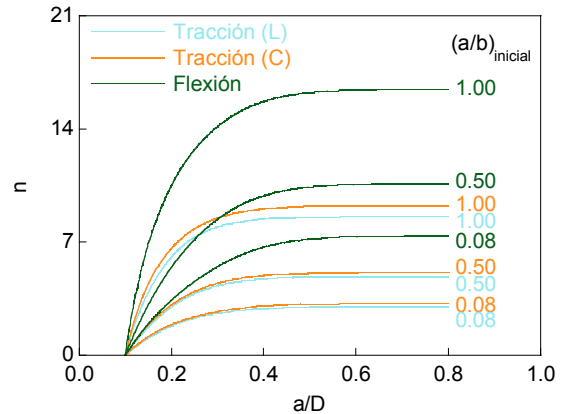


Figura 16. Número de ciclos adimensional ($m=3$).

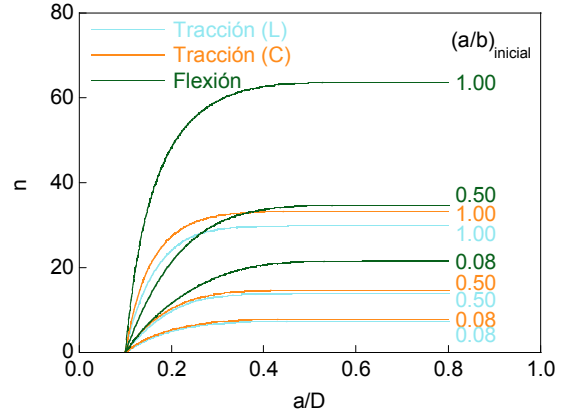


Figura 17. Número de ciclos adimensional ($m=4$).

4. CONCLUSIONES

De acuerdo a la ley de Paris-Erdogan, en la propagación por fatiga las distintas geometrías de fisura inicial tienden hacia un camino único, siendo esta convergencia más rápida para mayores coeficientes m de Paris. Con geometrías iniciales aproximadamente circulares, la relación de aspecto adquiere un valor más bajo para m mayores, mientras que si son aproximadamente rectas tiende a valores más altos hasta profundidades de fisura próximas a la mitad del diámetro, invirtiéndose a continuación esta tendencia.

Los valores del FIT adimensional máximo y mínimo a lo largo del frente de fisura son bastante mayores para tracción con extremos libres que constreñidos, siendo menores para flexión. La convergencia en el FIT adimensional es mayor para flexión que para tracción y a grandes profundidades mayor para tracción con extremos libres que constreñidos. El FIT adimensional máximo presenta menor dispersión que el mínimo para las distintas fisuras iniciales. Así pues, el peligro de rotura por un criterio local de fractura (cuando el valor del factor de intensidad de tensiones alcanza la tenacidad de fractura) es mayor para tracción que para flexión. Dentro del caso de cargas de tracción son más peligrosos los extremos libres que los constreñidos.

La flexibilidad adimensional es bastante mayor en tracción con extremos libres que con extremos constreñidos, y ambas son mayores que en flexión. Para profundidades de fisura próximas a 0.8 veces el diámetro se alcanza un valor de la flexibilidad adimensional de aproximadamente el triple en extremos libres que en constreñidos, siendo para flexión la mitad que para esta última. La convergencia en la flexibilidad es mayor para flexión que para tracción y a grandes profundidades mayor para tracción con extremos libres que constreñidos.

A medida que aumenta m se produce una mayor convergencia para las distintas condiciones de fisura iniciales en casi todos los resultados: geometría del frente del frente de fisura (a/b), área fisurada (A_F/A_T), FIT adimensional (Y_{\max} , Y_{\min}) y flexibilidad adimensional (f). La diferencia entre los resultados para distintos valores de m es siempre mayor entre $m=2$ y $m=3$ que entre $m=3$ y $m=4$, lo que implica que a medida que aumenta este parámetro existe una menor dependencia en los resultados.

Para una misma profundidad de fisura, cuanto más próximo está el frente de fisura a la geometría circular un mayor número de ciclos adimensional es necesario para la propagación, siendo este hecho más evidente para menores profundidades de fisura inicial. El número de ciclos adimensional necesario para alcanzar una misma profundidad de fisura con las mismas condiciones de tensión (mismo diámetro de probeta, fisura inicial y material) es mucho mayor para el caso de flexión que para tracción, y en este último caso es mayor si los extremos están constreñidos.

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 SA067A05 y SA111A07) y Fundación "Memoria de D. Samuel Solórzano Barruso".

REFERENCIAS

- [1] Carpinteri, A., "Shape change of surface cracks in round bars under cyclic axial loading", *Int. J. Fatigue* **15**(1), pp. 21-26, 1993.
- [2] Shih, Y.-S., Chen, J.-J., "Analysis of fatigue crack growth on a cracked shaft", *Int. J. Fracture* **19**(6), pp. 477-485, 1997.
- [3] Couroneau, N., Royer, J., "Simplified model for the fatigue growth analysis of surface cracks in round bars under mode I", *Int. J. Fatigue* **20**(10), pp. 711-718, 1998.
- [4] Lin, X.B., Smith, R.A., "Shape growth simulation of surface cracks in tension fatigued round bars", *Int. J. Fatigue* **19**(6), pp. 461-469, 1997.
- [5] Lin, X.B., Smith, R.A., "Fatigue growth simulation for cracks in notched and unnotched round bars", *Int. J. Mech. Sci.* **40**(5), pp. 405-419, 1998.
- [6] Shin, C.S., Cai, C.Q., "Evaluating fatigue crack propagation properties using a cylindrical rod specimen", *Int. J. Fatigue* **29**, pp. 397-405, 2007.
- [7] Astiz, M.A., "An incompatible singular elastic element for two- and three-dimensional crack problems", *Int. J. Fracture* **31**, pp. 105-24, 1986.
- [8] Carpinteri, A., "Elliptical-arc surface cracks in round bars", *Fatigue Fracture Engng. Mater. Struct.* **15**(11), pp. 1141-53, 1992.
- [9] Levan, A., Royer, J., "Part-circular surface cracks in round bars under tension, bending and twisting", *Int. J. Fracture* **61**, pp. 71-99, 1993.
- [10] Shin, C.S., Cai, C.Q., "Experimental and finite element analyses on stress intensity factors of elliptical surface crack in a circular shaft under tension and bending", *Int. J. Fracture* **129**, pp. 239-264, 2004.
- [11] Matos, J.C., González, B., Escudra, J., Toribio J., "Un procedimiento automático de ajuste de una elipse para modelizar el frente de una fisura superficial", *Anales de Mecánica de la Fractura* **22**, pp. 81-86, 2005.
- [12] Paris, P.C., Erdogan, F., "A critical analysis of crack propagation laws", *J. Basic Engng.* **85D**, pp. 528-534, 1963.
- [13] Matos, J.C., González, B., Escudra, J., Toribio, J., "Modelización de la propagación de fisuras por fatiga en geometrías cilíndricas sometidas a cargas de tracción", *Anales de Mecánica de la Fractura* **24**, pp. 447-452, 2007.
- [14] Rubio, L., Muñoz, B., "Determinación de la flexibilidad de ejes con fisuras de frente elíptico", *Anales de Mecánica de la Fractura* **24**, pp. 587-592, 2007.

COMPORTAMIENTO EN FATIGA DE MEZCLAS BITUMINOSAS EN CALIENTE PARA REFUERZO DE FIRMES

R. Tino, B. González, J. Toribio

Ingeniería de Materiales. Universidad de Salamanca,
E.P.S., Campus Viriato, Avda. Requejo 33, 49022 Zamora, España.
Correo-e: rubentinor@yahoo.es

RESUMEN

En el presente artículo se aplica la mecánica de fractura a la ingeniería de firmes, realizándose numerosos ensayos sobre distintos testigos de mezclas bituminosas en caliente utilizadas en el refuerzo de firmes de carreteras. Los ensayos se efectuaron a varias temperaturas utilizando cargas cíclicas de compresión, con factor R igual a cero a distintas frecuencias, evaluando así el comportamiento dinámico de las mezclas asfálticas. Además, se evaluó el daño por fatiga de las mezclas bituminosas en caliente, utilizando testigos sometidos a un número elevado de ciclos de carga, bien de tipo sinusoidal, bien más compleja (para simular de este modo el tráfico real de vehículos).

ABSTRACT

In the present paper fracture mechanics is applied to firm engineering, performing numerous tests on distinct samples of hot bituminous mixtures used in the reinforcement of road firms. Tests were performed under compressive cyclic loads at different temperatures, with R ratio equal to zero and different frequencies, thus evaluating the dynamic behaviour of asphalt mixtures. In addition, fatigue damage of the hot bituminous mixture was evaluated by using samples subjected to an elevated number of load cycles, either sinusoidal type, or more complex (thereby simulating real vehicle traffic).

PALABRAS CLAVE: Mezclas bituminosas en caliente, Fatiga, Viscoelasticidad.

1. INTRODUCCIÓN

El comportamiento de mezclas bituminosas es el resultado de la integración de los comportamientos de sus componentes. El refuerzo, constituido por los áridos, de naturaleza elastoplástica (las capas granulares del firme muestran una respuesta no lineal y elastoplástica dependiente del tiempo bajo las cargas dinámicas generadas por el tráfico) y la matriz, constituida por lo que puede denominarse masilla (el ligante más el polvo mineral o *filler*) de naturaleza viscoelástica, determinan que la mezcla bituminosa tenga un comportamiento viscoelastoplástico [1].

Es importante conocer la respuesta mecánica del firme durante su vida en servicio para llevar a cabo un buen diseño del mismo que permita un mantenimiento adecuado, optimizando de esta forma la inversión a realizar. Por ello se utilizan ensayos dinámicos que son los que mejor describen su comportamiento en servicio, en particular la deformación plástica acumulada [2].

Originalmente, debido a las limitaciones de los modelos existentes, la relación entre la tensión y la deformación se representaba con el módulo elástico. Sin embargo,

debido a la naturaleza viscoelástica de los materiales asfálticos, se considera mucho más apropiado el uso del módulo dinámico [3]. Éste se obtiene utilizando un equipo de ensayos simples para mezclas asfálticas, *Simple Performance Test* – *SPT* [4], y una probeta de mezcla bituminosa.

El ensayo de fatiga estándar se encuentra definido en la norma AASHTO T 321, “*Determining the Fatigue Life of Compacted Hot-Mix Asphalt. HMA*” [5], y consiste básicamente en aplicar cargas cíclicas constantes en flexotracción al material, lo que provoca deformaciones permanentes. En España se realiza habitualmente la caracterización del comportamiento en fatiga mediante ensayos de flexotracción dinámica en tres puntos utilizando control de deformación, tal y como se define en la norma NLT-350/90 [6].

Recientemente se ha empezado a utilizar la técnica de análisis por elementos finitos para evaluar el comportamiento de las capas de firme. Con ella se están consiguiendo significativos avances en el análisis numérico, aunque todavía existen grandes disparidades entre la respuesta prevista por los modelos y la que se observa sobre la carretera [7].

Por último, es necesario reseñar los estudios encaminados a evaluar el daño producido por la humedad en las mezclas bituminosas en caliente, utilizando ensayos simples para mezclas asfálticas y ensayos de tensión indirecta de *Superpave* [8].

2. PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL

En el presente estudio se ha llevado a cabo la evaluación experimental del comportamiento del firme frente a fenómenos de fatiga, realizándose previamente la caracterización del comportamiento del material.

Todos los ensayos se han realizado sobre una serie de probetas-testigo del firme puesto en obra (figura 1), para ejecutarlos sobre el material colocado en obra y reproducir lo más fielmente posible sus condiciones reales de funcionamiento. Es decir, se han obtenido las probetas mediante extracción con sonda rotativa de la mezcla bituminosa extendida en obra, en vez de fabricarla como es habitual conforme a la normativa vigente. El diámetro de las probetas fue de 100 mm y la altura varió entre 30 y 40 mm dependiendo de la altura real de capa de mezcla bituminosa colocada en obra.



Figura 1. Extracción de testigo de MBC.

2.1. Caracterización del comportamiento estático del material

Para la caracterización del comportamiento estático del material se han realizado diversos ensayos normalizados tipo Marshall, siguiendo la metodología definida en la norma NLT-159 [6] y utilizando, sólo para estos ensayos, probetas fabricadas en laboratorio según la metodología especificada en la norma.

Posteriormente se realizaron varios ensayos de compresión simple o axial sin soporte lateral en control de desplazamiento, según la norma NLT 161-98 [6], para completar el estudio estático. Antes de ensayar el material los testigos-probeta han permanecido a una temperatura constante de $25 \pm 1^\circ\text{C}$ durante un tiempo mínimo de 4 horas. La humedad aproximada fue del 43% y el tiempo de adquisición de datos de 0.03 s. La velocidad de aplicación de las cargas fue la que permitió una deformación constante equivalente a 0.05 mm/min por mm de altura de probeta.

2.2. Evaluación del comportamiento dinámico del material

Las probetas se sometieron a unos pocos ciclos de carga en compresión con una onda de tipo senoidal, utilizando diferentes frecuencias (0.1 Hz, 0.5 Hz, 1 Hz, 2.5 Hz, 5 Hz, 7.5 Hz, 10 Hz) y temperaturas de ensayo (-10°C , 0°C , 24°C , 40°C). Las cargas aplicadas estuvieron comprendidas entre un máximo de 5 kN y un mínimo de 0.2 kN, no aplicándose la carga mínima de 0 kN para que no se produjera despegue entre la probeta y los platos de compresión (figura 2).



Figura 2. Ensayo de fatiga.

2.3. Determinación del daño por fatiga del material

Los ensayos de fatiga actuales no se adaptan a las condiciones reales a las que se encuentra el material en la carretera, ni en la forma de aplicación de las cargas ni en el material utilizado para el ensayo, ni en las condiciones de contorno.

Por ello se propuso el estudio de un nuevo ensayo que describiera más fielmente el comportamiento real de una mezcla bituminosa en caliente colocada en el paquete de firmes de una carretera utilizando las probetas-testigo obtenidas directamente en la obra.

Se utilizaron dos tipos de ondas al aplicar las cargas sobre las probetas. El primer tipo consistió en una onda senoidal a una frecuencia de 10 Hz. El segundo tipo de onda, que se denominó senoidal compleja, se ejecutó a una frecuencia de 1 Hz, aplicándose un ciclo de carga senoidal durante un tiempo de 0.1 s y manteniéndose 0.9 s en reposo, para simular las cargas del tráfico sobre el material (figura 3).

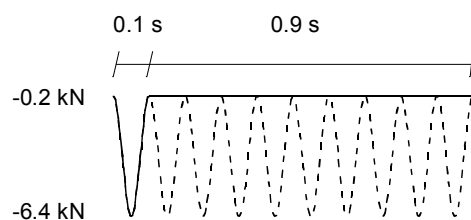


Figura 3. Tipos de onda: senoidal (discontinua) y compleja (continua).

Los ensayos se realizaron en control de carga, midiendo los desplazamientos. La temperatura del ensayo fue de 20°C y se estimaron 1.6 kN de carga para vehículos ligeros y 6.4 kN de carga en los vehículos pesados, utilizándose sólo ésta última por haberse considerado despreciable el daño producido por los primeros frente a los segundos.

3. RESULTADOS EXPERIMENTALES

3.1. Caracterización del comportamiento estático del material

A partir de los ensayos realizados se han obtenido los resultados de la estabilidad Marshall (carga de rotura) y la deformación Marshall (acortamiento diametral hasta rotura) que se presentan en la figura 4. Del análisis de los mismos se puede concluir que existe una gran dispersión y por lo tanto no se aprecia una tendencia clara, siendo necesario realizar un gran número de ensayos para poder extraer conclusiones.

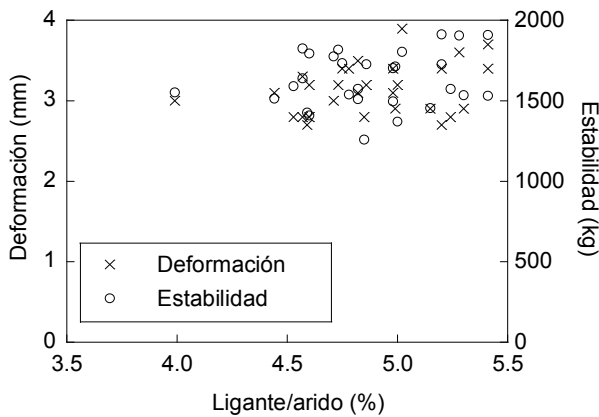


Figura 4. Ensayo Marshall.

El registro carga-desplazamiento obtenido con los ensayos de compresión simple se muestra en la figura 5. En ella se pueden distinguir tres tramos principales de comportamiento del material, además de un primer tramo de asentamiento que no se ha tenido en cuenta.

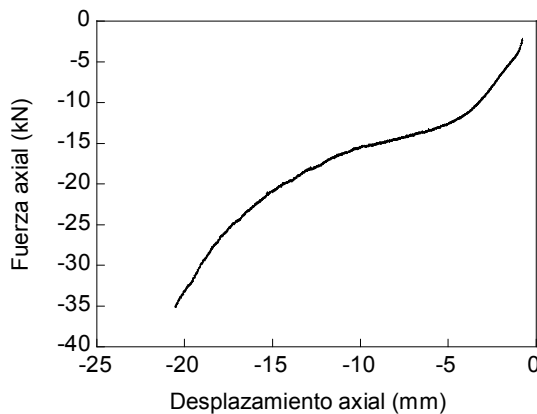


Figura 5. Ensayo de compresión simple.

3.2. Evaluación del comportamiento dinámico del material

En los materiales viscoelásticos lineales la relación entre tensión y deformación viene definida por un número complejo, E^* , llamado módulo complejo [4]:

$$E^* = |E^*| \cos \varphi + i |E^*| \sin \varphi \quad (1)$$

siendo $|E^*|$ el módulo dinámico, que muestra la relación que existe entre la tensión aplicada a un material viscoelástico lineal (σ_0) y la deformación que éste experimenta (ε_0):

$$|E^*| = \frac{\sigma_0}{\varepsilon_0} \quad (2)$$

y φ el ángulo de desfase de la deformación respecto de la tensión que la origina,

$$\varphi = \frac{t_i}{t_p} 360 \quad (3)$$

donde t_i es el tiempo de retraso medio entre el ciclo de tensión y el de deformación, y t_p el tiempo medio que dura el ciclo de tensión.

Con los parámetros, E^* y φ , se ha caracterizado el comportamiento de las mezclas bituminosas para las diferentes temperaturas y frecuencias consideradas. Para cada una de las condiciones de estudio se hicieron los cálculos al superar los 50 primeros ciclos de carga, considerándose que para entonces ya se había asentado el material (figura 6).

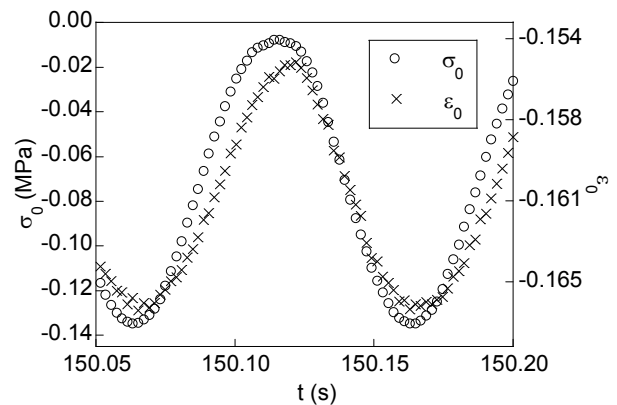


Figura 6. Ensayo dinámico (10 Hz y 24°C).

Los resultados obtenidos muestran que el módulo dinámico aumenta con la frecuencia de aplicación de la carga y disminuye con la temperatura de la muestra, excepto a -10°C donde aparecen los valores más bajos (figura 7). Sin embargo el ángulo de desfase disminuye con la frecuencia de ensayo y aumenta con la temperatura (figura 8).

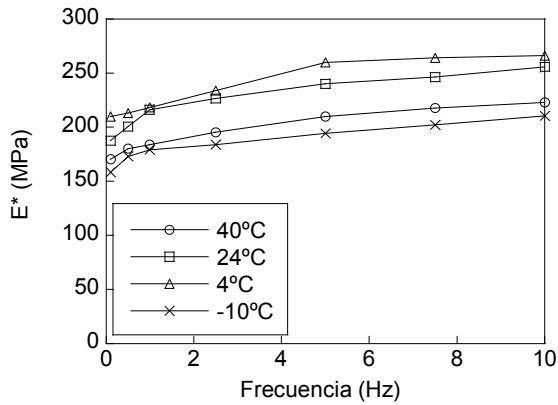


Figura 7. Módulo dinámico vs. frecuencia.

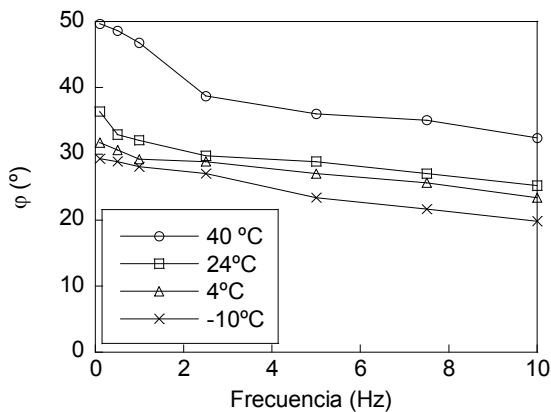


Figura 8. Ángulo de desfase vs. frecuencia.

3.3. Determinación del daño por fatiga del material

Se realizaron varios ensayos dinámicos a temperatura ambiente ($23 \pm 1^\circ\text{C}$), dos utilizando una onda senoidal (A y B) y otro más con onda compleja (C), para evaluar si el comportamiento del material era el mismo al aplicar uno u otro tipo de onda.

Los resultados obtenidos mostraron que la deformación permanente acumulada ($\varepsilon_{p.a.}$) aumenta de forma cuasi-lineal con el número de ciclos. En la figura 9 se presenta el registro del ensayo A.

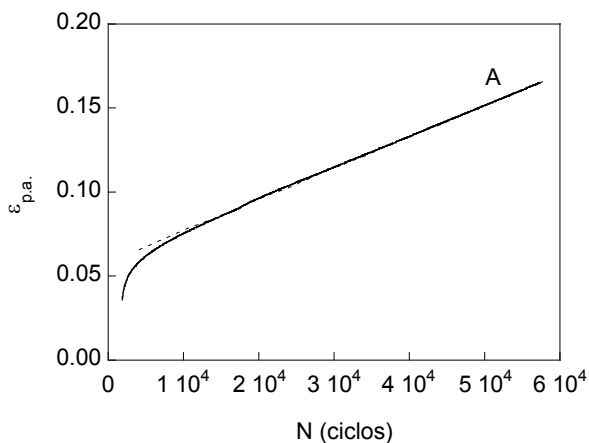


Figura 9. $\varepsilon_{p.a.}$ vs. número de ciclos.

A partir de los ajustes lineales realizados con los datos de los ensayos, sin tener en cuenta la zona inicial, se han obtenido las siguientes leyes de deformación:

$$A: \varepsilon_{p.a.} = 0.0580 + 1.88 \cdot 10^{-6} N \quad (R=0.99971)$$

$$B: \varepsilon_{p.a.} = 0.1163 + 0.72 \cdot 10^{-6} N \quad (R=0.97241) \quad (4)$$

$$C: \varepsilon_{p.a.} = 0.1033 + 2.34 \cdot 10^{-6} N \quad (R=0.99669)$$

La tabla resume los resultados de los distintos ensayos, donde el subíndice 50000 indica el número de ciclos para el cual se ha tomado la medida. Puede observarse que en los dos ensayos con onda senoidal la deformación permanente acumulada es similar, siendo mayor para onda compleja.

Tabla 1. Resultados de los ensayos de fatiga.

Ensayo	A	B	C
Tipo de Onda	Senoidal	Senoidal	Compleja
N (ciclos hasta detener el ensayo)	$6 \cdot 10^4$	$16 \cdot 10^4$	$5 \cdot 10^4$
$\varepsilon_{p.a.50000}$	0.15	0.15	0.22
k (kN/mm)	54.63	58.99	40.45
Δu (mm)	0.11	0.11	0.15

La rigidez k y la diferencia entre los desplazamientos máximos y mínimos (Δu) se mantienen constantes para cada uno de los ensayos, teniendo un mismo valor en los dos ensayos con onda de tipo senoidal.

4. DISCUSION

4.1. Caracterización del comportamiento estático del material

En los ensayos tipo Marshall se puede apreciar que la deformación máxima antes de rotura aumenta conforme lo hace el porcentaje de ligante, lo que es debido a las propiedades de adhesividad y cohesión que proporciona el ligante en el material compuesto, aportándole también una mayor estabilidad.

En los ensayos de compresión simple el primer tramo muestra un comportamiento lineal. En el segundo tramo, pseudo-horizontal, con un aumento de carga pequeño se consiguen grandes deformaciones y se considera que el material ya ha roto. En el tercer tramo la rigidez vuelve a aumentar, siendo el refuerzo el que aporta la resistencia al material compuesto al actuar los constituyentes del material por separado.

4.2. Evaluación del comportamiento dinámico del material

Al aumentar la frecuencia lo hace también el módulo dinámico, ya que en los materiales poliméricos o de matriz polimérica como es éste, donde el ligante es un betún polimérico, al aumentar la velocidad de aplicación de la carga disminuye su deformación.

Al aumentar la temperatura, como el betún se hace más dúctil, la probeta sufre una mayor deformación y por tanto desciende el módulo dinámico. Por otra parte en cuanto al comportamiento estático del ligante, cabe reseñar que el aumento de la temperatura en un material polimérico hace crecer su ductilidad pero disminuye su módulo de rigidez, reduciendo también su resistencia a tracción y por lo tanto comportándose peor como ligante dentro del material compuesto.

Las probetas congeladas presentan una caída en el módulo dinámico. Cuando la temperatura desciende por debajo de 0°C, temperatura de congelación del agua a presión atmosférica, el betún deja de comportarse normalmente y pierde parte de sus propiedades adhesivas. Como en los ensayos seguramente se ha descendido por debajo de la temperatura de transición vítrea del betún, las cadenas que lo componen estarán en una posición congelada, no permitiendo el movimiento entre sí y comportándose de forma rígida. Por ello se producirá un descenso notable en la función de matriz-ligante que realizaba el betún en la mezcla bituminosa a temperaturas más altas, tendiendo hacia la disgregación del material, aumentando la deformación del testigo y disminuyendo su módulo dinámico.

Al aumentar la frecuencia decrece el ángulo de desfase, ya que el betún pasa a tener un comportamiento de tipo fundamentalmente elástico al disminuir la componente viscosa. El ángulo de desfase aumenta con la temperatura, lo que significa un mayor comportamiento viscoso, o lo que es lo mismo, una disminución de su componente elástica de respuesta.

4.3. Determinación del daño por fatiga del material

Durante el ensayo, inicialmente disminuye el Δu , como consecuencia de la recolocación del material y la consiguiente eliminación de huecos o vacíos del interior de su seno. Posteriormente se produce una zona de estabilidad en la que el incremento de desplazamiento se mantiene constante (ensayos con onda senoidal), o crece ligeramente (ensayos con onda compleja).

La rigidez del material se estabiliza una vez efectuados los primeros ciclos, en torno a los 55 kN/mm en los ensayos realizados con onda simple y próxima a los 40 kN/mm en los de onda compleja. Esta diferencia puede explicarse por el comportamiento viscoso de la mezcla bituminosa, puesto que al utilizar una onda compleja la rigidez del material es menor debido a la existencia de un periodo de ausencia de carga en cada ciclo. También se origina un aumento del Δu debido al retraso producido entre la aplicación de la carga y la deformación que provoca y se aprecia que existe un desfase más o menos constante entre la aplicación de las cargas y los desplazamientos producidos por éstas. Por todo ellos, se pueden calificar las mezclas bituminosas como materiales que exhiben un comportamiento de tipo viscoso.

El parámetro más adecuado para evaluar la evolución del material a lo largo del tiempo es la deformación permanente acumulada, que se puede correlacionar con el potencial de deformación plástica del material. En la deformación permanente acumulada existen dos fases de comportamiento muy diferenciadas. Una primera fase en la que la deformación evoluciona rápidamente, correspondiente al periodo de acomodación del material y la consiguiente eliminación de huecos en su interior. Una segunda fase de comportamiento lineal, tanto con onda simple como con onda compleja, que permitiría calcular una equivalencia entre ambas ondas, facilitando apreciablemente los estudios de fatiga en mezclas bituminosas sometidas a un alto número de ciclos.

5. CONCLUSIONES

Con los ensayos estáticos tradicionales, tipo Marshall, no se pueden reproducir las condiciones reales de aplicación de las cargas en los materiales ensayados, por lo que no se puede apreciar la evolución de las propiedades de las mezclas bituminosas en caliente a lo largo de su vida en servicio. Tampoco se reproducen fielmente las condiciones del entorno, tales como los cambios de temperatura o la gran variabilidad de humedad que existe en las condiciones reales de obra entre los periodos invernales y los de estío.

El comportamiento en fatiga de una mezcla bituminosa varía según la frecuencia utilizada y la temperatura a la que se encuentre. Así, para frecuencias altas (tiempos de aplicación muy pequeños ~0.1 s) y temperaturas bajas (<10°C) su comportamiento es de tipo elástico lineal. Sin embargo, para temperaturas y tiempos de aplicación mayores su deformación aumenta a la vez que lo hace su ángulo de desfase, por lo que se puede decir que el comportamiento es de tipo plástico y viscoso.

En los ensayos para evaluar el daño por fatiga, la rigidez del material se estabiliza una vez efectuados los primeros ciclos, verificándose que existe un desfase más o menos constante entre la aplicación de las cargas y los desplazamientos que producen, lo que corrobora que el comportamiento de los materiales es de tipo viscoso.

Para evaluar la evolución del material con la fatiga a lo largo del tiempo es posible utilizar la deformación permanente acumulada. Una onda compleja, que simula de forma más real el tráfico, es más dañina, para el mismo número de ciclos muestra una deformación plástica acumulada mayor y una menor rigidez que la onda senoidal. Ambas presentan leyes de deformación de tipo lineal, por lo que se deduce que pueden utilizarse estas últimas, realizándose los ensayos en un tiempo diez veces menor.

La aplicación a largo plazo de la ley de deformación obtenida permite realizar cálculos sobre la deformación futura del material.

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 SA067A05 y SA111A07) y Fundación “Memoria de D. Samuel Solórzano Barruso”. Además, agradecen el suministro de los testigos de MBC al Ministerio de Fomento.

REFERENCIAS

- [1] Garnica, P., Gómez, J.A., Sesma, J.A., *Mecánica de materiales para pavimentos*, Publicación Técnica nº 197, Instituto Mexicano del Transporte, Sanfandila, Querétaro, Méjico, 2002.
- [2] Brown, E.R., Kandhal, P.S., Zhang, J., “Performance testing for hot mix asphalt”, *NCAT Report n° 01-05*, National Center for Asphalt Technology, Auburn, Alabama, 2001.
- [3] Monismith, C.L., Sousa, J., Lysmer, J., “Modern pavement design technology including dynamic loading conditions”, *Vehicle Pavement Interaction, SP-765*, Society of Automotive Engineers, 1988.
- [4] Witczak, M.W., Kaloush, K., Pellinen, T., El-Basyouny, Von Quintus, H., *Simple performance test for superpave mix design transportation research board*, NCHRP Report 465, 2002.
- [5] AASHTO, *Provisional Standards*, American Association of State Highway and Transportation Officials, Washington, D.C., 2006.
- [6] CEDEX, *Normas del laboratorio de transportes (NLT). Vol II. Ensayos de carreteras.*, Dirección General de Carreteras, Ministerio de Fomento, 1992-2000.
- [7] Mulungye, R.M., Owende, P.M.O., Mellon, K., “Finite element modelling of flexible pavements on soft soil subgrades”, *Materials and Design* **28**, pp. 739-756, 2007.
- [8] Xingwei Chen, Baoshan Huang, “Evaluation of moisture damage in hot mix asphalt using simple performance and Superpave indirect tensile tests”, *Construction and Building Materials*, (in press).

INFLUENCIA DEL TRATAMIENTO SUPERFICIAL DE UN MICRONIZADO DE MICA SOBRE LAS PROPIEDADES DE SU COMPOSITE EPOXÍDICO

A.Valea, I. Mondragón, M.L. González

Departamento de Ingeniería Química y del Medio Ambiente (Universidad del País Vasco)
EUITI de Bilbao. Plaza La Casilla, 3
48012 Bilbao. España
Email: angel.valea@ehu.es

RESUMEN

Se ha investigado el efecto de la adición de tres tipos de agentes de acoplamiento sobre las propiedades mecánicas de composites de mica/resina epoxídica y de fibra de vidrio/mica/resina epoxídica. Los resultados muestran que el módulo elástico, la resistencia a tracción y otras propiedades característica han mejorado por la adición de los agentes de acoplamiento. En el caso del composite fibra de vidrio/mica/resina epoxídica, los valores del módulo a flexión y la resistencia interlaminar mejoran cuando aumenta el contenido en mica, sin embargo, el efecto de los agentes de acoplamiento no son muy pronunciados.

ABSTRACT

The effect of coupling agents on the mechanical properties of mica/epoxy and glass fiber/mica/epoxy composites has been investigated. The results showed that tensile modulus and tensile strength and other characteristic properties were improved by the coupling agents. In the case of glass fiber/mica/epoxy composites, the flexural modulus and interlaminar strength values improved with increase in mica content, but the effect of coupling agents was not pronounced.

PALABRAS CLAVE: Composites, resinas DGEBA, epoxi-mica composites, compatibilizantes, propiedades mecánicas

1. INTRODUCCIÓN

El uso de las cargas funcionales es una práctica habitual desde hace algunos años ya que permite alcanzar características notables en muchas propiedades que, con las formulaciones material polimérico-cargas, no sería posible obtener. Como hipótesis de partida se estableció que, puesto que la mica posee una estructura en escamas con un módulo mayor que el doble del valor que presenta el vidrio, sería un excelente agente de refuerzo en composites. Simultáneamente, la mica tiene una excelente resistencia a los agentes químicos y a la corrosión, además de buenas propiedades eléctricas y bajo coeficiente de dilatación térmica. La friabilidad de las escamas de mica produce segregación durante el procesado, de forma que cualquier efecto sobre las propiedades interfaciales, gobernará la cinética de segregación y por consiguiente las propiedades finales.

Por regla general, se suelen tomar los valores de módulo y resistencia como las propiedades mecánicas más directamente correlacionables con la estructura, geometría, distribución de tamaños de partícula y concentración de refuerzo, aunque la resistencia sea más difícilmente productible, dado que depende mucho más de las interacciones entre el polímero y la carga o el refuerzo, además de las características antes mencionadas.

En la bibliografía se encuentra que hay dos tipos generales de correlación entre la concentración de las cargas y la resistencia en tracción dependiendo de la adhesión entre los dos materiales. La adhesión o la resistencia interfacial dependerá de la eficacia del agente de acoplamiento y de la capacidad de humectación del polímero. Las consideraciones más importante para una buena humectabilidad se suelen asociar con dos fases de similar polaridad, así como con una baja tensión interfacial y baja viscosidad de la matriz polimérica. Entre los polímeros, las resinas termoestables generalmente son poco viscosas y se convierten en rígidas por reticulación, siendo la mayoría de naturaleza polar. La revisión bibliográfica indica que se han utilizado frecuentemente dos tipos de agentes de acoplamiento, silanos y titanatos para lograr aprovechar las propiedades de la mica.

En el presente trabajo se ha estudiado el efecto de tres agentes de acoplamiento, dos del tipo silano y otro del tipo (pirofosfato) circonato sobre una mica micronizada que se ha utilizado para modificar las propiedades de una resina DGEBA. Como propiedades mecánicas se han estudiado la resistencia y el módulo, entre otras características, y los valores obtenidos se contrastan con modelos teóricos.

2. METODOLOGÍA EXPERIMENTAL

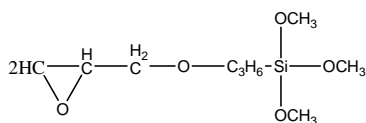
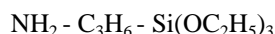
La resina epoxídica utilizada en esta trabajo ha sido una diglicidileter de bisfenol A (DGEBA) suministrada por Ciba Geigy (Araldite LY556) con un valor de equivalente epoxi 189 g/eqg. El endurecedor utilizado fue 4,4'-diaminodifenilmetano. La mica utilizada es un producto tipo mascovita cuya distribución de tamaño de partícula se muestra en la tabla 1. Se utilizó como carga de la resina DGBA al 10, 20 y 30% en peso.

Tabla 1: Función de distribución de tamaño de partícula (μm) en la mica

Tamaño de partícula (μm)	% wt.	Tamaño de partícula (μm)	% wt.
0 – 2	4,3	12 – 16	22,4
2 – 4	7,6	16 – 24	25,1
4 – 8	14,8	24 – 48	7,3
8 – 12	16,7	48 – 96	2,8

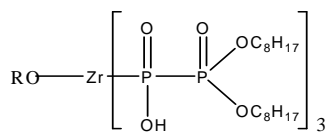
Los agentes acoplamiento utilizados han sido:

- (a) 3-aminopropiltrietoxisilano (que denominaremos SiNH_2) de fórmula:



- (b) 3-glicidiloxipropiltrimetoxisilano (que denominaremos GOPTMSi) y de fórmula:

© Alcoxircirconato de tris(dioctil pirofosfato (que denominaremos AOZDIP) y de fórmula:



El tejido de fibra de vidrio (300 g/m²) ha sido del tipo B suministrado por Vetrotec con tratamiento superficial compatible con resina epoxi.

Para el recubrimiento de la mica con agente de acoplamiento se comenzó por preparar una disolución de cada agente de acoplamiento al 1% wt (sobre peso de mica) en tolueno. La mica pulverizada se lavó primero con agua desionizada y se secó durante 2h a 105°C. La mica (en cantidad de 200g) se la humectó con aprox. 150 mL de tolueno y seguidamente se añade la disolución del agente de acoplamiento con agitación vigorosa. La suspensión se mantuvo durante 4h bajo agitación y seguidamente se seca durante 2h a 105°C.

Para el estudio de los ángulos de contacto sobre la mica, se utilizaron pequeñas laminillas de mica (2x2 cm) a las que se sometió a tratamiento con los agentes de acoplamiento, con el procedimiento indicado. Seguidamente se colocaron pequeñas gotas de resina sobre la superficie de las láminas y se midió el ángulo de contacto formado por la resina sobre la superficie de la mica mediante un microscopio óptico. El trabajo de adhesión se calculó utilizando la conocida ecuación de Young Dupré.

$$W_a = S(1 + \cos\theta)$$

Siendo S = tensión superficial de la resina epoxídica y θ = ángulo de contacto formado entre la resina y la mica.

Para preparar los especímenes de ensayo: se añadió mica tratada y sin tratar a la resina epoxídica caliente y se mantuvo bajo agitación mecánica durante aprox. 30 min. La mezcla a 90°C se desgasificó bajo vacío y entonces se le añade el endurecedor fundido (en relación estequiométrica, es decir 27 pphr). Se mezcla vigorosamente y se desgasifica suavemente hasta que la superficie adquiere tono claro, entonces se cuela en los moldes con un espaciador de teflón de 3mm de espesor. Previamente se ha aplicado al molde un desmoldeante silicónico. El ciclo de curado fue de 2h a 180°C bajo nitrógeno. Las láminas así obtenidas fueron cortadas en tiras mediante una hoja circular de diamante de alta velocidad y los bordes de las muestras se pulieron utilizando una lija de grano fino para eliminar posibles cracks superficiales. Las muestras se sumergen en agua a ebullición durante 2h.

La preparación de los laminados de fibra de vidrio/mica/epoxi, se realizaron aplicando de forma uniforme sobre un mat de vidrio (20x15 cm²) la mezcla de resina epoxi-endurecedor/mica. Fueron necesarias 16 capas para alcanzar un espesor de aprox. 2mm. Las laminas se curaron en una prensa caliente a 110°C durante 5h/180°C bajo flujo de nitrógeno. Los especímenes de ensayo se cortaron como en el caso anterior con una cortadora de diamante. El contenido en vidrio se midió quemando la matriz en un horno-mufla a 600°C encontrándose valores alrededor del 70±1% en peso.

La fracción volumétrica de huecos calculada por medidas de densidad es aprox. 0,03. Las medidas de las propiedades mecánicas sobre los composites se llevaron a cabo sobre una máquina universal de ensayos IBERTEST mod. Elib 50W de acuerdo con ASTM D-638 y ASTM D-790 respectivamente para tracción y flexión. La morfología de la superficie de fractura se estudió mediante microscopía electrónica de barrido en un equipo Jeol JSM-5510 utilizando las muestras rotas en tracción adecuadamente metalizado con un plasma de Au/Pd.

3. RESULTADOS Y DISCUSIÓN

3.1.- Módulos en flexión y en tracción

Los valores de los módulos en tracción y en flexión para los sistemas epoxi/mica se han representado gráficamente en la figura 1.

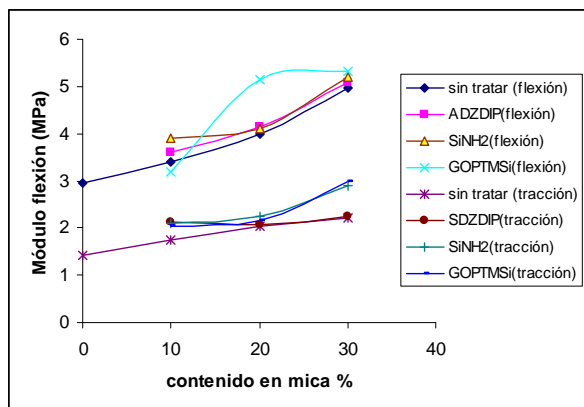


Figura 1: Módulos en flexión y en tracción para las diferentes formulaciones mica/epoxi.

Como se observa en la figura 1, al aumentar la carga de mica, lo hacen ambos módulos. El aumento en el módulo en flexión para la muestra con 30%wt de mica es del 70% con respecto al de la resina sin carga. Los valores el módulo también dependen de la forma de la carga, Bramuzzo et al describen que para igual fracción volumétrica de carga (talco escamoso) para composites de PP se obtienen mayores módulos que para bolas de vidrio y de carbonato de calcio. Observaciones similares aporta Mancar para sistemas composites PP/Mg(OH)₂ y PP/CaCO₃. La diferencia puede atribuirse a la elevada área superficial específica y a la forma anisotrópica de la partícula. Otros factores que influyen son la orientación, la interacción interfacial y el modo del fallo. La forma de la mica utilizada en este trabajo cae entre las formas esféricas y las fibras (escamas de alta relación de forma).

Con el tratamiento superficial, los valores del módulo aumentan en el caso de los composites mica/epoxi. Sin embargo, el composite tratado con 30% de GOPTMSi muestra el valor más alto del módulo en flexión y en tracción. En este caso el grupo glicidilo del compatibilizante interacciona de forma más efectiva en la interfase epoxi/mica, favoreciendo la disgregación de la mica en pequeñas partículas. En el resto de los casos también se observa un aumento en el valor de los módulos a medida que aumenta la cantidad de compatibilizante, aunque menos acusado. La mejora de propiedades tiene que ver con la mejora en la humectabilidad de la mica por la resina, de forma que para medir la eficacia de los compatibilizantes se han medido los ángulos de contacto, obteniéndose los resultados reflejados en la tabla 1

Tabla 1: Valores de los ángulos de contacto

	Sin tratar	ADZDIP	SiNH2	GOPTMSi
θ	26,1°	10,0°	9,6°	12,7°
Wa	0,9110	0,9527	0,9533	0,9483

3.1.- Resistencia en tracción

Los valores de los módulos en tracción y en flexión para los sistemas epoxi/mica se han representado gráficamente en la figura 2.

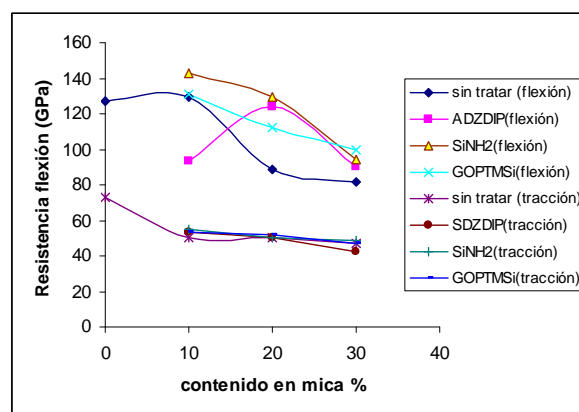


Figura 2: Resistencia en flexión y en tracción para las diferentes formulaciones mica/epoxi.

En la figura 2 se observa que la presencia de la carga, disminuye la resistencia, salvo a pequeñas proporciones de mica que produce un ligero incremento en la resistencia a flexión. Este comportamiento ha sido encontrado por otros autores como Vu-Kanh y Decharentenay para sistemas PP/mica y por Inibushi el tal para sistemas epox/mica.

El tratamiento con los compatibilizantes aumenta de forma significativa la resistencia a flexión, sin embargo la resistencia a tracción permanece en valores similares a los que poseía sin compatibilizante. La diferencia puede deberse al modo de tensión al que se somete a la muestra. En el caso de la sollicitación en flexión, es una sollicitación en compresión y tracción, mientras que en el ensayo en tracción, es solamente tracción. A partir de las propiedades mecánicas, puede deducirse que la adhesión interfacial es más efectiva en compresión que en tracción.

La disminución en la resistencia para la muestra epoxi/mica con respecto a la de la resina solamente puede atribuirse a los siguientes factores:

- Formación de microcacks en la matriz de la resina debido a las tensiones internas desarrolladas durante el curado y la diferencia en la contracción térmica de la resina epoxídica ($8,5 \cdot 10^{-5}$ m/m°C) y la mica ($1 \cdot 10^{-5}$ m/m°C)

- b) Presencia de defectos tales como burbujas de aire debido a la adición de la carga.
- c) Fácil delaminación de las partículas de mica (la energía necesaria es 3J/m^2).
- d) Las partículas de mica actúan como concentradores de tensiones y suministran lugares de crecimiento de grietas.
- e) Bajo tensiones de tracción ocurren delaminaciones debido a la escasa adhesión interfacial (como se puede ver en micrografías SEM). Los lugares delaminados pueden entonces facilitar el crecimiento de la grieta.

El tratamiento superficial con silanos y circonatos promueve la interacción matriz-mica y, por tanto, mejora la resistencia en flexión con respecto a los composites epoxi/mica sin recubrir. Para cantidades intermedias de cargas, la mejora en resistencia en flexión de los composites epoxi/mica es significativa.

3.3.- Alargamiento a rotura

Los valores encontrados para el alargamiento a rotura disminuyen considerablemente al aumentar la concentración en carga de mica. Un 10% wt de carga de mica hace disminuir el alargamiento a rotura en un 60%; pero un aumento en la concentración de mica hasta el 30% wt provoca una reducción posterior de sólo 15%. Esta caída significativa puede deberse a la fácil delaminación de la mica que puede actuar como punto de iniciación de grietas. Con una dispersión de la mica orientada al azar hay un gran número de partículas sometidas a esfuerzos de tracción que actúan perpendicularmente al plano.

3.4.- Análisis teórico

La incorporación de una carga particulada en una matriz de módulo bajo suele dar como resultado un aumento en el módulo y una disminución en los valores de la resistencia. La predicción de tales propiedades de un sistema con carga es el resultado complejo de factores tales como la geometría de la carga, distribución de tamaños, eficiencia en el empaquetamiento, orientación e interacción interfacial.

Padawer y Beecher han desarrollado una regla de mezclas modificada que intenta predecir el módulo del composite para estructuras poco filamentosas, tomando en cuenta la relación de aspecto de la escama y el módulo de cizalla de la interfase. Para cargas particuladas se han hecho algunas aproximaciones simples que se encuentran resumidas en algunas publicaciones.

En este trabajo se ha utilizado una ecuación desarrollada por Nicolas y Nicodemo para predecir el límite inferior de la resistencia en tracción:

$$\sigma_{rel} = \frac{\sigma_c}{\sigma_m} = (1 - a\phi^b)$$

Siendo σ_{rel} = resistencia en tracción relativa

σ_c y σ_m = resistencia en tracción del composite (c) y de la matriz (m)

ϕ = fracción en volumen de la carga

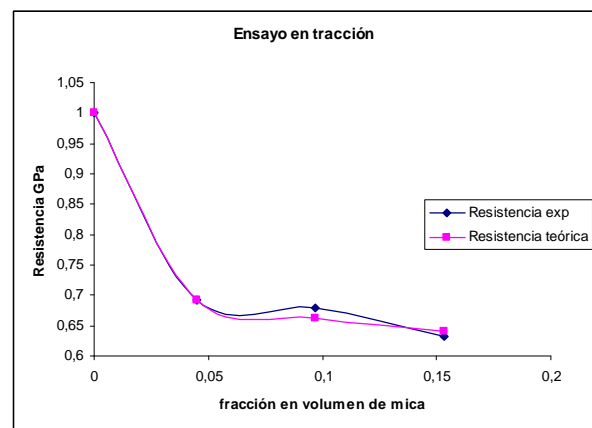
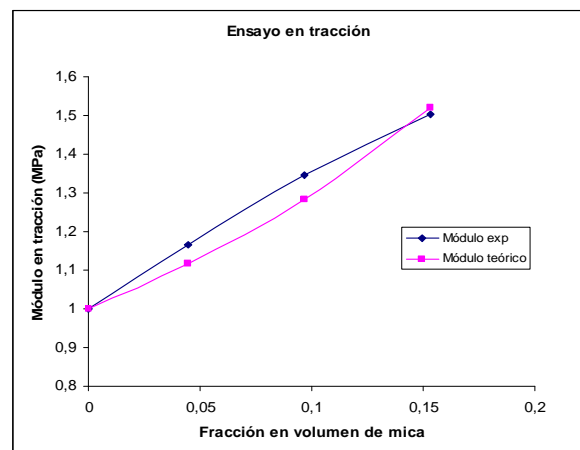
a, b = constantes (relacionadas con la concentración de tensiones y la geometría de la carga).

La ecuación de Quemada se ha utilizado para predecir el módulo en tracción del composite epoxi/mica:

$$E_{rel} = \frac{E_c}{E_m} = (1 - 0,5.k.\phi)^{-2}$$

Donde E_{rel} = módulo en tracción relativa, E_c y E_m son los módulos del componente y de la matriz respectivamente y k = constante relacionada con la eficiencia en el empaquetamiento de la carga.

Los puntos experimentales y las curvas previstas por estos modelos para la resistencia y el módulo se pueden ver en las figuras 4 y 5 respectivamente



Figuras 4 y 5: Representación del módulo y la resistencia en tracción medida experimentalmente y la calculada en la base al modelo teórico.

3.5.- Efecto del envejecimiento

Los valores de resistencia y de módulo para las muestras ensayadas después de permanecer 2h en agua se recogen en las figuras 6 y 7:

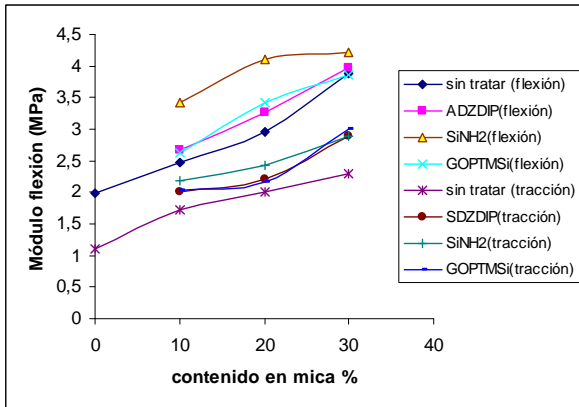


Figura 6: Variación de los módulos en flexión y tracción con el contenido en mica y con diferentes tipos de compatibilizantes después de permanecer 2 h en ebullición

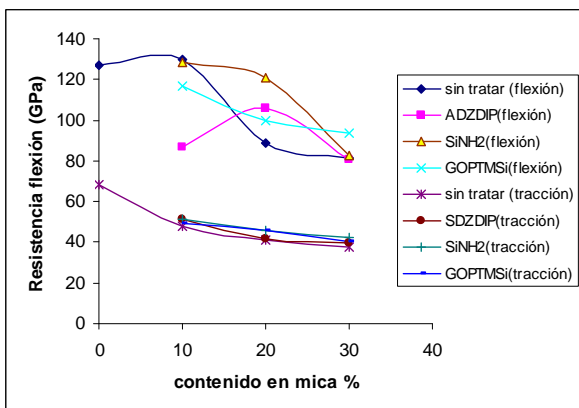


Figura 7: Variación de las resistencias en flexión y tracción con el contenido en mica y con diferentes tipos de compatibilizantes después de permanecer 2 h en ebullición

Se ha propuesto que el agua es capaz de hidrolizar la unión interfacial y actuar como agente plastificante. La extensión de la hidrólisis depende del espesor de la muestra, presencia de poros u otros defectos superficiales y del tiempo de exposición, y también de la estabilidad de la unión. Puede verse que la resina epoxídica sin rellenar y el conjunto epoxi/mica, sin tratar, muestra menor retención de valores que las muestras que contienen mica tratada superficialmente. En casi todos los casos, la epoxi/mica tratada con aminosilano muestran mejor retención de valores. Las mejores retenciones de propiedades pueden deberse a la hidrofobicidad suministrada por el agente de acoplamiento.

3.6.- Morfología de la fractura

Las micrografías SEM del polvo de mica y las superficies de fractura en tracción de la resina sin cargar y los composites epoxi/mica indican la presencia de grietas. El posible origen de la iniciación de estas grietas en el material composite podría ser las burbujas de aire o poros, áreas ricas en resina, materiales extraños tales como partículas de suciedad, tamaño de partículas, ó una pobre adhesión de la partícula a la matriz.

La superficie de la resina sin cargar muestra una rotura frágil. En el caso de la muestra epoxi/mica sin tratar, se observa una delaminación en la interfase y el subsecuente arranque de la escama y puede deberse a una falta de adhesión interfacial. Otro posible modo de fallo es la delaminación de la partícula de mica. Como las partículas de mica están orientadas al azar, un gran número de ellas están sometidas a tensiones en tracción que actúan perpendicularmente al plano y ocurre la propagación de la grieta de forma paralela al plano. La mica da lugar a esta delaminación rápidamente ya que precisa muy baja energía para hacerlo.

Cuando se estudian las superficies de fractura de muestras epoxi/mica sin tratar, puede verse claramente que se ha producido una desunión a gran nivel y pullont de las escamas. Esto sucede para bajos valores de la resistencia y del módulo y a elevadas deformaciones a rotura.

En el caso de muestras epoxi/mica tratadas, el fallo parece haberse producido principalmente en la matriz, lo que puede explicarse por la mejor adhesión interfacial, lo que se traduce en mejores propiedades mecánicas. La ausencia de pullont de las escamas justifica la reducción en el alargamiento a rotura en estas muestras.

No se observó la rotura de las partículas de mica a través del plano, lo que puede atribuirse a su elevada resistencia en tracción (aprox. 650 MPa) comparado con la de la resina (aprox. 80 MPa).

La relación de aspecto de la mica es menor que el valor crítico (< 30) por encima del cual el fallo puede ocurrir también en el refuerzo.

3.7.- Laminados epoxi/tejido de vidrio/mica

Las propiedades mecánicas de estos laminados se encuentran resumidos en la tabla 2.

La resistencia mecánica parece estar ligeramente influenciada por el contenido en mica pero no de una forma consistente. Sin embargo, los valores del módulo muestran una considerable mejora de alrededor del 30% para las muestras de laminado que tienen una

relación mica/epoxi=30/70, siendo el valor más alto el que tiene la mica tratada con glicidoxisilano.

Tabla 2: Propiedades mecánicas de laminados epoxi/mica/fibra de vidrio

Muestra	Mica(%)	Resistencia en flexión (MPa)	Módulo en flexión (GPa)
Mica (sin tratar)	0	252,3	5,13
	10	250,8	6,10
	20	218,6	6,30
	30	246,4	7,01
ADZDIP	10	236,8	6,29
	20	252,9	7,36
	30	221,6	6,32
SiNH ₂	10	217,8	5,19
	20	210,0	5,89
	30	251,3	6,86
GOPTMSi	10	202,6	6,18
	20	228,5	6,41
	30	257,6	6,88

La resistencia a cizalla interlaminar se observa que mejora con la adición de mica, si se compara con las muestras de resina (sin carga) / tejido de vidrio.

El efecto de los agentes de acoplamiento, sobre las propiedades mecánicas de los laminados epoxi/ mica / tejido de vidrio, no es muy marcado y puede atribuirse seguramente al elevado porcentaje de refuerzo de tejido de vidrio (70%). Sin embargo, la adición de mica, como tercer componente en los laminados epoxi/fibra de vidrio, ofrece ventajas tales como una mejor rigidez, maquinabilidad, resistencia a soldadura, contracción / alabeamiento reducido, y mejora la adhesión a los filmes metálicos.

4. CONCLUSIONES

La mica utilizada en este trabajo parece aumentar considerablemente el módulo en tracción y en flexión del material.

La resistencia en flexión aumenta para muestras con 10% de carga de mica, sin embargo, para mayores porcentajes de carga, disminuye de forma continua para cualquier porcentaje de carga.

El tratamiento superficial de la mica con agentes de acoplamiento mejora la resistencia en flexión, el módulo en flexión y el módulo en tracción.

El envejecimiento en agua en ebullición hace disminuir la resistencia y el módulo de todas las muestras. Sin embargo, el porcentaje de retención de propiedades fue mayor en las muestras epoxi/mica tratada superficialmente.

La adición de mica a los laminados epoxi / fibra de vidrio conduce a una mejora en el módulo en flexión y en los valores de resistencia a cizalladura interlaminar.

AGRADECIMIENTOS

Los autores desean agradecer el apoyo de la UPV-EHU y del Gobierno Vasco para el desarrollo del trabajo

BIBLIOGRAFÍA

- [1] H.S. Katz and J.V. Milewski, Eds; Van Nostrand Reinhold, N.Y. 1978, p.341.
- [2] L.E. Nielsen. vol 2, Marcel Dekker, N.Y (1974).
- [3] J.A. Manson; L.H. Sperling, Plenum Press, N,Y 1976 pp.373
- [4] D.M. Bigg. Polymer Eng Sci, 16, 1188 (1979)
- [5] J. Abraham; J. Bowman; J.C. Behiri; Bonfield, W, Plastic <rubber Proc Appl 4,261 (1984)
- [6] T.Vu-Kanh; F.X. Decharentenay; Polymer Eng. Sci, 25, 841 (1985)
- [7] R.B. Seymour, Ed. "Additives for plastics". Vol 1 Academic Press, London 1978 pp.123-191.
- [8] R. Yosomiya; K. Morimoto; A. Nakajima; Y. IKada; T. Suzuki, Eds Marcel Dekker, N.Y (1990).
- [9] T.S Cow; J. Mater Sci, 15, 1873 (1980)
- [10] M. Barmuzo; A. Savadori; D. Bacci; Polym Composites, 6,1 (1985)
- [11] J.Jancar; J. Mater 24, 3947 (1989)
- [12] S. Inubushi; T.IKada; S. Tazuke; T. Satoh; Y. Kumagoi; J.Mater. Sci. Lett, 6, 229 (1987)
- [13] G.E. Padawer; N.Beecher; Polymer Eng. Sci. 10, 185 (1975)
- [14] A. Apicella; L. Nicodemo; L. Nicolas; in Future Trends in polymer science and Technology. E. Martucelli; C. Marcheta; L. Nicolais, Eds Technomic Lancaster, PA (1987)
- [15] A.C. Roulin-Moloney; W.J. Cont well; H.H Kausch; Polym Composites, 8, 314 (1987)

COMPOSITES DE MEZCLAS PP/LDPE REFORZADOS CON FIBRAS CORTAS

Valea, A.; González, B.; Mondragón, I.; González, M.L.

Departamento de Ingeniería Química y del Medio Ambiente (Universidad del País Vasco)
EUITI de Bilbao. Plaza La Casilla, 3,
48012 Bilbao. España
Email: angel.valea@ehu.es

RESUMEN

Han sido preparados una serie de composites basados en mezclas de polipropileno (PP)/polietileno de baja densidad (LDPE) reforzados con fibras de aramida. Se ha analizado el efecto del método de procesamiento sobre la morfología y sobre las propiedades mecánicas. Durante el proceso de mezclado ocurren sucesos de degradación de diferente magnitud sobre las fibras de refuerzo que dependen no solo de la transformación sino también del porcentaje de fibra. Se analizan las propiedades mecánicas, rigidez, módulo y resistencia de los composites. También se estudian el efecto del LDPE y del contenido en fibra de refuerzo así como el tratamiento superficial de la fibra, sobre las propiedades. Se pueden obtener ventajas adicionales de este trabajo si las fuentes de PP y LDPE son materiales reciclados.

ABSTRACT

Different series of short glass and aramide fibers reinforced plastics composites based on polypropylene (PP)/Low density polyethylene (LDPE) blend matrices has been prepared. The effect of the processing method on the morphology and the mechanical behaviour of the composites have been analyzed. Different degradation levels on the fibers take place during the compounding process and it depend not only on the transformation process but also on the fiber content. The mechanical properties, stiffness, module and strength of the composites are analysed. Also, the effect of LDPE and the fiber of reinforcement content, as well as the surface treatment of fiber on that properties is studied. Additional advantages can be obtained if source of PP or LDPE are recycled materials

PALABRAS CLAVE: mezclas poliméricas, composites termoplásticos, propiedades mecánicas, fibras cortas reforzantes.

1.- INTRODUCCIÓN

Las poliolefinas tales como el polietileno de baja densidad (LDPE) y el polipropileno (PP) son los materiales poliméricos orgánicos de mayor consumo debido a sus excelentes propiedades, bajo costo y facilidad de transformación. Son también los de mayor volumen en los flujos de residuos plásticos, pero poseen la ventaja de un reciclado fácil, económico y conocido ^[1, 2].

Entre los residuos sólidos urbanos constituyen el mayor porcentaje de plásticos, por lo que el estudio de sus mezclas tiene la doble intencionalidad de mejorar las propiedades individuales y también evitar tener que separarlos ^[3] previamente a un reciclado o reutilización, cuando las especificaciones lo permitan.

La ausencia o limitación de algunas características, como por ejemplo el bajo módulo del polietileno de baja densidad (LDPE) o la relativamente alta temperatura de transición vítrea del polipropileno (PP), reducen sus aplicaciones.

En los últimos años se han encaminado los esfuerzos hacia la mejora de las características de las poliolefinas y la búsqueda de nuevas aplicaciones más que a la alternativa quizá más creativa pero enormemente costosa de desarrollar nuevos materiales. Una de las vías utilizadas ha sido la síntesis de copolímeros ^[2, 4] o bien la mezcla de homopolímeros ^[5-8].

Durante la realización de estas mezclas, es necesario considerar el grado de compatibilidad y los intervalos de composición dentro de los cuales las formulaciones son adecuadas para una aplicación ^[9-13].

Otro método para mejorar las propiedades mecánicas de las poliolefinas es la incorporación de fibras o cargas reforzantes ^[14-16]. En este tipo de modificación es necesario estudiar los compatibilizantes y el efecto producido por estos compatibilizantes ya que la interacción matriz-fibra es el aspecto clave del éxito ^[9, 17-19].

Los refuerzos fibrosos no son los únicos que se emplean cuando se quiere aumentar la rigidez y resistencia de estos materiales composites, aunque sí es cierto que son los más habituales y cuando se desea

que estos materiales puedan seguir transformándose por los métodos habituales de los termoplásticos (extrusión, inyección, etc.) es preciso incorporar estos refuerzos fibrosos en forma de fibras cortas.

La ventaja de los termoplásticos reforzados con fibras estriba en la combinación de la tenacidad de los termoplásticos con la rigidez de los refuerzos, dando materiales composites con alto módulo y mejor resistencia a impacto que los termoendurecibles, a la vez que son fácilmente transformables por métodos bien establecidos^[20-24].

En el presente trabajo se estudia el efecto que producen diferentes tipos de fibras (vidrio y aramida) sobre las propiedades mecánicas de mezclas de polipropileno (PP)/polietileno de baja densidad (LDPE). Esperamos mejorar la tenacidad del PP sobre todo a baja temperatura mediante la incorporación del LDPE y aumentar su resistencia mediante la adición de fibras cortas de vidrio y aramida.

Las propiedades de estos composites dependen de la interacción interfacial entre fibra y matriz, así como de la longitud real de las fibras por lo que la propia técnica de procesamiento influirá decisivamente sobre la longitud de la fibra (debido a la degradación propia que sufra durante el procesamiento) y por tanto condicionará las propiedades mecánicas. Por esta razón se han procesado los composites por técnicas diferentes (mezclado en rodillos, compresión en caliente e inyección) con el fin de evaluar la degradación de las fibras reforzantes.

2.- METODOLOGÍA EXPERIMENTAL

2.1.- Materiales

El polipropileno (PP) isotáctico utilizado tiene un índice de fluidez MFI = 2,9 g/10min cf. UNE 53200 (medido a 190°C y 5kg) y densidad 0,905g·cm⁻³ nominal; el polietileno de baja densidad (LDPE) tiene un índice de fluidez MFI = 6,7 g/10min cf. UNE 53200 (medido a 190°C y 2,16kg) y densidad nominal 0,916g·cm⁻³. Ambos fueron suministrados por Repsol-YPF y corresponden a denominación de Isplen T-5 y Alkatene PE-017, respectivamente.

La fibra de vidrio utilizada es del tipo E, de 6mm de longitud y 13µm de diámetro nominales, suministrada por Vetrotex y va revestida con un agente de acoplamiento propio para PP. A esta misma fibra se la sometió a tratamiento térmico en estufa a 450°C/1h para eliminar el agente de acoplamiento.

Las características nominales de la fibra de vidrio E son: Módulo en tracción = 73GPa; Resistencia en tracción = 3400MPa; Alargamiento a rotura = 4,45%. Se ha utilizado un analizador termogravimétrico (TGA) Mettler para determinar la cantidad de agente de

acoplamiento haciendo un barrido de temperatura hasta 600°C. El resultado indica que la fibra de vidrio ha sido tratada con 0,52% de agente de acoplamiento.

La fibra corta de aramida ha sido suministrada por Akzo Nobel y corresponde a la denominación Twaron. Las características nominales son: Módulo en tracción 130,0GPa; Resistencia en tracción 3600MPa y la densidad 1,44g·cm⁻³. Los composites preparados y estudiados se resumen en la Tabla 1; se basan en mezclas de PP/LDPE con relaciones 95/5 y 90/10 y con 0%, 30% y 40% wt de refuerzo de fibra de vidrio. En la Tabla 2 se recogen los composites preparados con fibra corta de aramida para los cuales la cantidad máxima que se ha podido incorporar era de 19% wt para diferentes relaciones PP/LDPE = 20/80; 40/60; 60/40; 80/20, además de los homopolímeros PP y LDPE individuales.

Tabla 1.- Composites preparados con PP/LDPE y fibra de vidrio

PRO BE TA	PP/L DPE	FVA ^(*) (% en peso)	FVA ^(**) (% en peso)	Técnica de procesado
1	95/5	—	—	Compresión en caliente
2	95/5	—	—	Inyección
3	90/10	—	—	Compresión en caliente
4	90/10	—	—	Inyección
5	95/5	30	—	Compresión en caliente
6	95/5	30	—	Inyección
7	90/10	30	—	Compresión en caliente
* 8	90/10	30	—	Inyección
9	95/5	—	30	Compresión en caliente
10	95/5	—	30	Inyección
11	90/10	—	30	Compresión en caliente
12	90/10	—	30	Inyección
13	95/5	40	—	Compresión en caliente
14	95/5	40	—	Inyección
15	90/10	40	—	Compresión en caliente
16	90/10	40	—	Inyección
17	95/5	—	40	Compresión en caliente
18	95/5	—	40	Inyección
19	90/10	—	40	Compresión en caliente
20	90/10	—	40	Inyección

* Fibra de vidrio con agente de acoplamiento (FVA)

** Fibra de vidrio sin agente acoplado (FVSA)

2.2.- Procesado para la preparación de los composites

El mezclado de LDPE y PP se llevó a cabo en mezclador de rodillos Landa y Cia. con ajuste del pellizco y temperatura de 180°C durante 15min. Una vez fundida y homogeneizada la mezcla se incorporó la fibra en las concentraciones indicadas hasta completar el mezclado en un tiempo aproximadamente de 30min.

Los flanes así obtenidos se trocearon y molieron en un molino Reitch para posteriormente llevar a cabo moldeo por inyección en una prensa Arburg obteniéndose probetas tipo haltera normalizadas (cf. UNE 53023) para los ensayos en tracción y del tipo prisma de sección rectangular para impacto (cf. UNE 53021), flexión (cf. UNE 53022) y HDT (cf. UNE 53075). El perfil de temperaturas en la prensa de inyección fue 210, 220 y 230°C respectivamente y 60°C en el molde. La presión de inyección fue 750kg/cm². Los tiempos de compactación y enfriado fueron de 30 y 20 s respectivamente.

Tabla 2.-Composites preparados con PP/LDPE y fibra de aramida

PROBETA	PP/LDPE	Fibra Aramida (% wt)
1A	0/100	0,0
2A	0/100	5,0
3A	0/100	10,0
4A	0/100	15,0
5A	0/100	19,0
6A	20/80	5,0
7A	20/80	10,0
8A	20/80	15,0
9A	20/80	19,0
10A	40/60	5,0
11A	40/60	10,0
12A	40/60	15,0
13A	40/60	19,0
14A	60/40	5,0
15A	60/40	10,0
16A	60/40	15,0
17A	60/40	19,0
18A	80/20	5,0
19A	80/20	10,0
20A	80/20	15,0
21A	80/20	19,0
22A	100/0	0,0
23A	100/0	5,0
24A	100/0	10,0
25A	100/0	15,0
26A	100/0	19,0

El moldeo por compresión se llevó a cabo en una prensa oleohidráulica Moebius Prototipos 30t con sistema de calentamiento independiente a los dos platos. Se prepararon placas con dimensiones nominales 200 x 200 x 4 mm³ moldeando a 200°C y

enfriamiento rápido entre los platos fríos a temperatura ambiente y manteniendo la presión.

A partir de las placas se fresaron las probetas en una fresadora ATS de acuerdo con las dimensiones especificadas por las normas citadas.

2.3.-Ensayos mecánicos

Las propiedades mecánicas se determinaron mediante una máquina universal de ensayos Ibertest mod. Elib 50W a temperatura ambiente a una velocidad de ensayo de 1mm/min para medir módulo y resistencia en tracción. El resultado es la media de no menos de 5 probetas de cada muestra siguiendo las normas UNE antes mencionadas. Las dimensiones de las probetas se midieron con un calibre digital Mitutoyo ($\pm 0,01$ mm).

2.4.- Análisis microscópico y evaluación de longitudes de fibra

Se han carbonizado muestras de unos 4g de composite formuladas con fibra de vidrio y PP/LDPE a unos 500°C durante 1 hora para eliminar restos de la matriz presente. La fibra así recuperada se ha utilizado para analizar la distribución de longitudes de fibra por medida directa en un analizador de imagen formada por un microscopio óptico que lleva acoplada una cámara de captura de imágenes y vídeo. Computando las longitudes de no menos de 300 fibras se suman, se determina su distribución y finalmente se calcula la longitud promedio para cada muestra. Se pretende con este estudio no solamente conocer la longitud media real de la fibra de refuerzo sino también fundamentar la reducción de la longitud de fibra que se produce como consecuencia del procesado por las diferentes técnicas de transformación. La metodología aplicada no puede utilizarse con seguridad en el caso de la fibra aramídica.

Aunque no se discutirán en este trabajo se han estudiado otras propiedades mecánicas y se ha analizado la superficie de fractura de diversas muestras con objeto de investigar la distribución y orientación de las fibras, así como valorar la interfase matriz-fibra de refuerzo.

3.- RESULTADOS Y DISCUSIÓN

3.1.- Estudio de la longitud de la fibra de refuerzo

En las figuras 1 y 21 se resumen los valores de la distribución de longitudes de fibra de vidrio después de someter a mezclado en los rodillos a 180°C un 30% de FV a las mezclas de PP/LDPE con relación 95/5 y 90/10 respectivamente, tal como se ha indicado en la metodología experimental.

Como puede verse, la longitud de las fibras disminuye como resultado de los grandes esfuerzos de cizalladura a que se someten durante el mezclado en los rodillos

hasta alcanzar valores hasta alcanzar valores muy por debajo de los 6mm nominales iniciales. Este resultado era esperable, quizá no lo era tanto la magnitud de la reducción que pasa a ser del orden de unas 110µm para PP/LDPE = 95/5 y algo mayor, unas 170 - 180µm para composites PP/LDPE = 90/10.

Precisamente, si se comparan las composiciones de la matriz se observa que la longitud de fibra permanece mayor cuando aumenta la concentración en LDPE y disminuye la de PP (es decir, para la matriz PP/LDPE = 90/10 frente a PP/LDPE = 95/5) lo que es razonable ya que la viscosidad es menor al disminuir el % PP y por tanto disminuyen los esfuerzos de cizalladura.

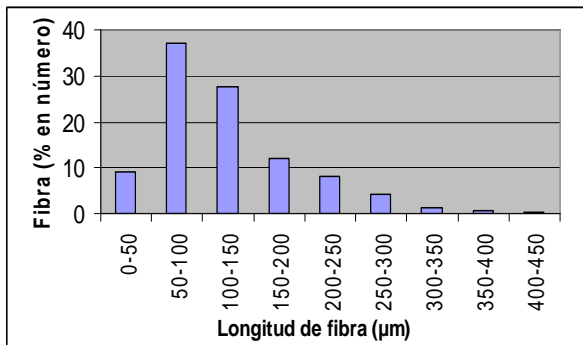


Figura 1. Distribución de longitudes de fibra para los composites basados en mezcla PP/LDPE = 95/5 y 30% FV.

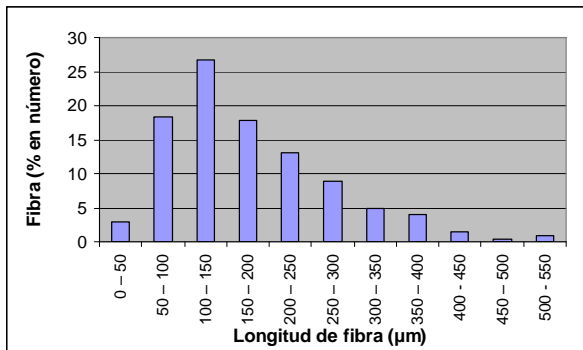


Figura 2. - Distribución de longitudes de fibra para los composites basados en mezcla PP/LDPE = 90/10 y 30% FV.

En la figura 3 se recogen las distribuciones de longitud de fibra para composites formados con PP/LDPE = 90/10 y 40% FV para compararlos con los resultados resumidos en la figura 2 (PP/LDPE = 90/10 y 30% FV).

Como puede deducirse de la comparación, la longitud media disminuye después del mezclado en rodillos al aumentar el porcentaje de fibra de vidrio de refuerzo, ya que además de la cizalla entre fibra y matriz, también se produce cizallamiento entre fibra-fibra dando lugar a que la longitud final de la fibra disminuya desde 170 - 180 µm hasta 110µm.

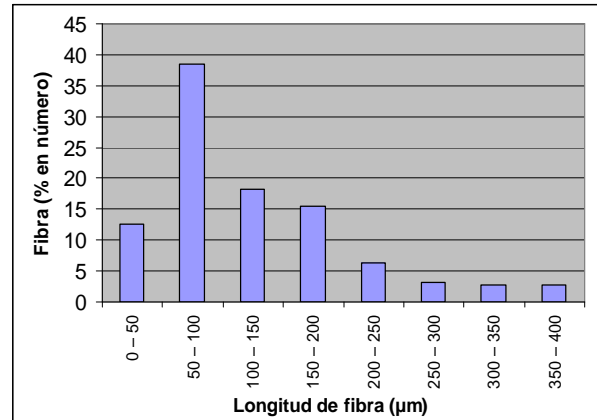


Figura 3. Distribución de longitudes de fibra para los composites basados en mezcla PP/LDPE = 90/10 y 40% FV

En la figura 4 se recoge la distribución de longitudes de fibra para el composite n° 8 (Tabla1) que corresponde a PP/LDPE = 90/10 con 30% FV después de ser procesado por inyección para hacer probetas de ensayo.

Como puede verse un posterior procesado de los composites (por inyección) contribuye a reducir aún más el tamaño de la longitud de la fibra, siendo además la función de distribución de tamaño más ancha y la disminución en la longitud es más acusada cuanto mayor es el tamaño inicial de la fibra. En la transformación por inyección, los esfuerzos de cizalladura son notables y es razonable esperar este resultado.

En el caso de los composites transformados por compresión, los esfuerzos de cizalla son mucho menores y se suele adoptar el criterio de que la longitud de fibra se mantiene sensiblemente constante (la que tenía después del mezclado).

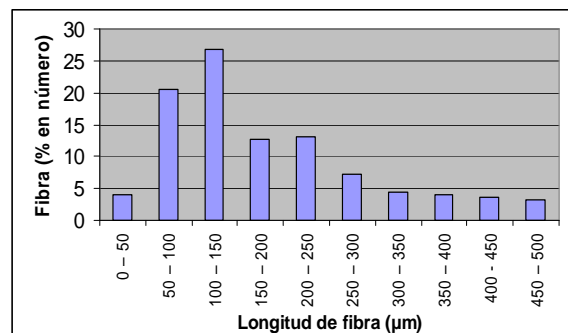


Figura 4. - Distribución de longitudes de fibra para los composites basados en mezcla PP/LDPE = 90/10 y 30% FV después de someterle a un proceso de inyección.

3.2.- Propiedades mecánicas

a) Sistemas PP/LDPE reforzados con FV

El proceso de mezclado tendente a la homogeneización del material es un proceso complejo ya que el medio, formado por la matriz (PP/LDPE) fundida, tiene una alta viscosidad, y el refuerzo, que presenta una distribución de tamaños de fibra que va cambiando con el tiempo, es una fase heterogénea que tiene que moverse en el primero.

Por otro lado, después de haberse llevado a cabo el proceso de mezclado se ha procedido a transformar los composites en probetas de ensayo utilizando la técnica de inyección que producirá una mayor orientación de las fibras en la dirección del flujo tendentes a un comportamiento anisotrópico mucho más marcado que cuando el procesado es por compresión en caliente. Además la presencia y orientación de las fibras actúan microestructuralmente sobre la capacidad relativa de cristalización de los homopolímeros PP/LDPE que forman la matriz. Además en este primer caso de composites PP/LDPE reforzados con FV consideraremos los subcasos de que esta FV esté o no tratada superficialmente con agente de acoplamiento.

En la figura 5 se recogen los valores del módulo en tracción para los composites PP/LDPE = 95/5 y 90/10 con 0%; 30% y 40% wt de FV tratada superficialmente y sin tratar que han sido moldeados por inyección y en la figura 7 se hace lo propio para los composites PP/LDPE = 95/5 y 90/10 con 0%; 30% y 40% wt de FV moldeados por compresión en caliente.

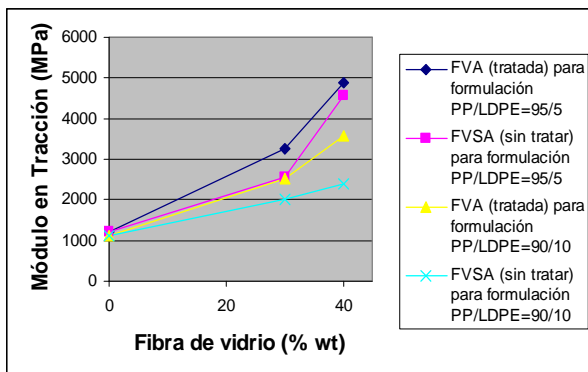


Figura 5.- Módulo en Tracción de los composites transformados por inyección.

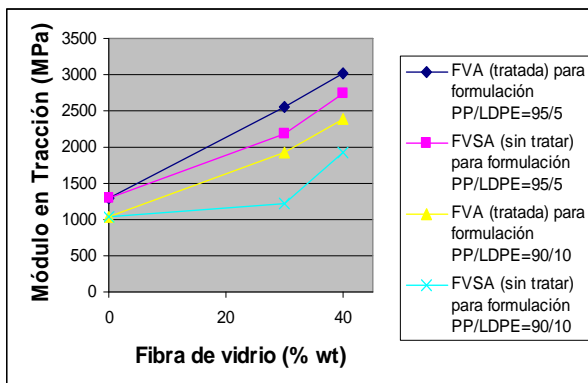


Figura 6.- Módulo en Tracción de los composites transformados por compresión en caliente.

Como puede verse en Figura 5, los módulos en tracción aumentan con el contenido en fibra de vidrio de refuerzo, independientemente del método de moldeo utilizado y en todos los casos disminuyen al aumentar el porcentaje en LDPE en la matriz polimérica.

El módulo en tracción para las probetas moldeadas por inyección es siempre mayor que las que se han transformado por compresión ya que en las primeras el propio sistema de transformación orienta la fibra y por tanto aumenta la rigidez de los composites.

En la figura 7 se recogen los valores de la resistencia en tracción para los composites PP/LDPE = 95/5 y 90/10 con contenidos del 30% wt y 40% wt de FV tratada superficialmente y sin tratar, que han sido moldeados por inyección y en la Tabla 10 se hace lo propio para los composites PP/LDPE = 95/5 y 90/10 con 0%; 30% y 40% wt de FV moldeados por compresión en caliente

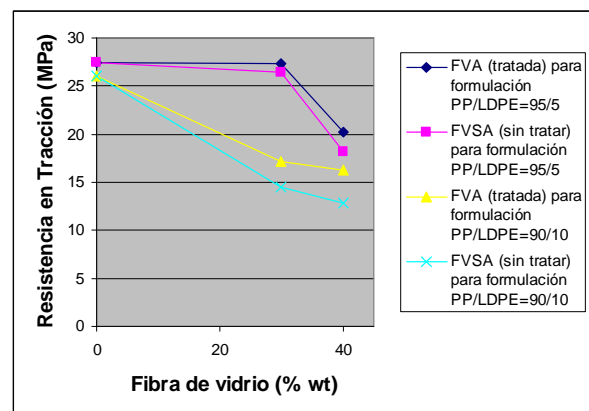


Figura 7.- Resistencia en tracción de los composites transformados por inyección.

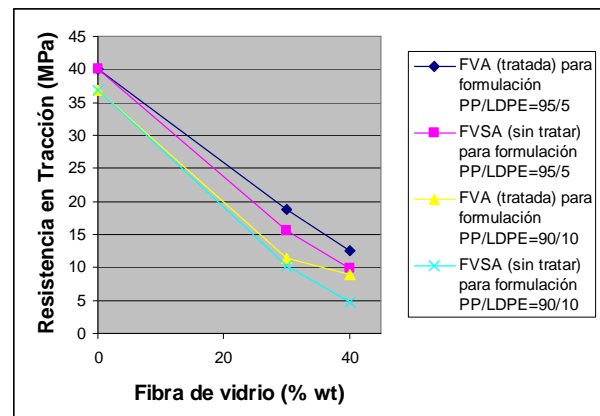


Figura 8.- Resistencia en tracción de los composites transformados por compresión en caliente.

En la Figura 8 se puede observar que la resistencia en tracción de los materiales PP/LDPE = 95/5 con 30% wt

de FV moldeados por inyección no varían sensiblemente con respecto a la resistencia en tracción de los materiales PP/LDPE = 95/5 sin FV. El aumento en el contenido en refuerzo hasta el 40% conduce a una reducción en la resistencia en tracción de la matriz. Cuando el contenido en LDPE aumenta al 10% los valores de resistencia en tracción disminuyen notablemente.

Si los materiales se moldean por compresión en caliente la resistencia en tracción disminuye con respecto al valor que se obtiene para la matriz. Es decir, que aparentemente la resistencia disminuye al aumentar el contenido en fibra de refuerzo. Los valores que se obtienen con la FV tratada son mejores que cuando se emplea FV sin tratar, pero en ambos casos hay una disminución continua en la resistencia en tracción al aumentar el contenido en FV. Una posible interpretación de este hecho seguramente habría que buscarla en la deficiente homogeneización de la fibra con formación de aglomerados irregulares en la masa. La diferencia entre las muestras moldeadas por inyección y por compresión es mayor en las primeras, por lo que si bien es cierto que la utilización de un agente de acoplamiento conduce a mejorar las propiedades, sí es necesaria una buena homogeneización de la fibra para conseguir una optimización en las propiedades del composite.

b) Sistemas PP/LDPE reforzados con Aramida

En la figura 9 se recogen los valores del módulo y de la resistencia en tracción en función del porcentaje de fibra de aramida de refuerzo. La cantidad máxima de fibra que se ha podido introducir es del 19% wt. aproximadamente. Como puede deducirse de la Figura 9 al aumentar el contenido en fibra de aramida aumenta el módulo en todos los composites, evidenciando su carácter reforzante.

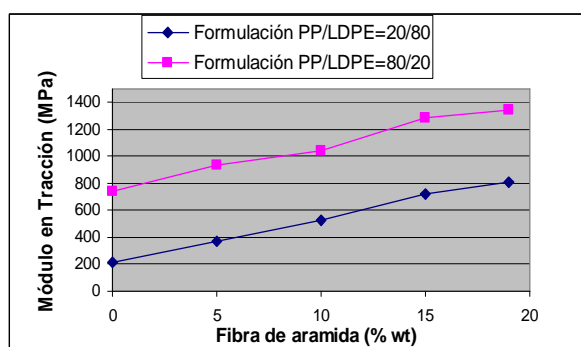


Figura 9.- Módulo en tracción de los composites reforzados con fibra de aramida.

La resistencia en tracción de los composites aumenta al hacerlo el porcentaje de refuerzo aramídico como era de esperar.

Si se comparan los resultados de la resistencia máxima en tracción y módulo en tracción, para un porcentaje definido de refuerzo aramídico, se observa que los

valores de resistencia y módulo son mayores para los composites que tienen mayor porcentaje en PP, lo que pudiera relacionarse con una mayor compatibilidad de la fibra aramídica con el PP. Debería recordarse que el PP es más frágil que el LDPE.

Cuando se comparan los resultados obtenidos con el refuerzo aramídico respecto a los correspondientes al clásico refuerzo de fibra de vidrio E no resultan marcadamente superiores a pesar de su mayor costo. Las micrografías de SEM evidencian un marcado pull-out que debe relacionarse sin duda con una interacción fibra-matriz que sería responsable de las propiedades mecánicas medidas.

AGRADECIMIENTOS

Los autores deben agradecer a la Universidad del País Vasco-EHU y al Gobierno Vasco, las ayudas para la realización del trabajo.

BIBLIOGRAFÍA

- [1] Prentice, P.; Papapostolou, E.; Williams, J.G.; "The morphology and mechanical properties of ethylene-propylene copolymers and blends" in "Multicomponent Polymer Materials" D.R. Paul and L.H. Sperling Eds. Advances in Chemistry Series n° 211 p. 325 – 333. ACS (1988)
- [2] Prentice, P.; Polymer, 23, 1189 (1982)
- [3] Lovinger, A.J.; Williams, M.L.; J. Appl. Poly. Sci. 25, 1703 (1980)
- [4] Prentice, P.; Williams, J.G.; "Plast to Rubber Processing and Applications", 2,27 (1982)
- [5] Ogawa, T.; Tanaka, S.; Inaba, T.; J. Appl. Polym. Sci., 18, 351 (1974)
- [6] Karger-Kocsis, J.; Kallo, A.; Swafuer, A.; Bordor, G.; Senyey, Z.; Polymer, 20, 37 (1979)
- [7] Greco, R.; Tang, M.R.; Gimmino, S.; Ragosta, G.; Plaston 81-Polymer blends, Plastics and Rubber Institute, England (1981)
- [8] Bartlett, D.W.; Barlow, J.W.; Paul, D.R.; J. Appl. Polym. Sci. 27, 2351-2360 (1982)
- [9] Valea, A.; Garetxana, G.; Mondragón, I.; González, M.L.; Proceed matcomp-05, p.581 (2005)
- [10] Valea, A.; Mondragón, I.; Juanes, F.J.; Míguez, J.C.; González, M.L.; Proceed Matcomp-07, p.873 (2007)
- [11] Laguna, O.; Collar, E.; Rev. Plast. Mod.354, 610 (1985)
- [12] Starkweather, H.W.; J.Appl. Polym. Sci., 25, 139 (1980)
- [13] Kolarik, J.; Polymer Compos. 7, 472 (1986)
- [14] Grayson, M.; "Encyclopedia of Composite Materials and Components" J. Wiley & Sons (1983)
- [15] Xavier, S.F.; Misra, A.; Polym. Compos. vol 6 n° 2, 93-99
- [16] Valea, A.; Salas, P.F.; Mondragón, I.; González, M.L.; Proceed Matcomp-05, p.73 (2005)
- [17] Valea, A.; Mondragón, I.; Salas, P.F.; González, M.L.; Proceed IX Reunión. GEP-Nuevas Fronteras en Polímeros (2005)
- [18] Arroyo, M.; Pérez, F.; Vigo, J.P.; J. Appl. Polym. Sci. 5105 (1986)
- [19] Culler, R.; Isida, H.; Boeing, L.; Polym. Compos. 7, 231 (1986)
- [20] Knutsson, B.A.; White, J.L.; J. Appl. Polym. Sci. 26, 2347 (1987, 245 (1991))

ALEACIONES DE POLIPROPILENO (PP) Y POLIETILENTEREFTALATO (PET) RECICLADOS Y ESTUDIO DE SUS PROPIEDADES

A. Valea; F.J.Juanes; J.C.Míguez; M.L.González

Departamento de Ingeniería Química y del Medio Ambiente (Universidad del País Vasco)
EUITI de Bilbao. Plaza La Casilla, 3,
48012 Bilbao. España
Email: angel.valea@ehu.es

RESUMEN

El polietilentereftalato (PET) es un material higroscópico. El polipropileno (PP) tiene baja resistencia a impacto a bajas temperaturas y sufre degradación térmica. Un camino para solventar estos problemas es mezclar ambos polímeros intentando conseguir una buena interacción entre ellos a través de la introducción de grupos funcionales polares en las cadenas de PP. En este estudio se ha utilizado un PP reciclado y se ha hecho reaccionar con anhídrido maleico para funcionalizarlo. El grado de funcionalización se ha cuantificado por medida de índices de carbonilo y por espectroscopia FTIR. Las mezclas se han preparado utilizando PP reciclado (funcionalizado y sin funcionalizar) y se ha mezclado con PET reciclado mediante extrusora y rodillos. La compatibilidad interfacial entre ambos tipos de polímero se ha analizado mediante microscopía electrónica de barrido (SEM) y calorimetría diferencial del barrido (DSC). También se han medido otras propiedades como la dureza y la absorción de agua. Llegándose a la conclusión de que la funcionalización del PP mejora la compatibilidad de ambos polímeros en la mezcla.

ABSTRACT

Polyethylene terephthalate (PET) is a hygroscopic material. Polypropylene (PP) have a low impact resistance at low temperature and easily undergoes thermal degradation. One way to overcome these problems is to blend both polymers trying to reach a good interaction through the insertion of polar functional groups within the PP backbone chain. In this study, recycled PP was grafted with maleic anhydride and the amount of maleic anhydride was quantified by measuring carbonyl index by means of a Fourier Transform Infrared Spectrophotometer (FTIR). The blends were prepared using recycled PP (grafted and ungrafted) with recycled PET by means of both an extruder and rolls. Their compatibility was analyzed using scanning electron microscopy (SEM) and differential scanning calorimeter (DSC). Other properties such as hardness and water absorption were also measured. It was concluded that the grafting on the PP enhanced the compatibility with the recycling PP.

PALABRAS CLAVE: polipropileno; polietilentereftalato; aleaciones de polímeros; copolímeros de injerto; propiedades de aleaciones de polímeros

1.- INTRODUCCIÓN

Las mezclas de polímeros han sido el foco de atención en la ingeniería de polímeros durante muchos años, ya que posibilitan la obtención económica de nuevos materiales con mejores características funcionales que los materiales individuales.

El polipropileno (PP) es uno de los termoplásticos que más ha crecido en producción y consumo durante los últimos años, lo que, por un lado, da cuenta de su importancia tecnológica y también del elevado tonelaje de residuos que se generan de este material.

El PP es frecuente mezclarlo con otros polímeros con el fin de mejorar sus propiedades funcionales, especialmente en lo que afecta a la resistencia a

impacto a bajas temperaturas. De entre las mezclas que se han realizado en trabajos anteriores caben destacar las mezclas de polipropileno-poliámida (PP/PA) debido a que combinan las propiedades termodinámicas de la poliámida y la facilidad de procesamiento del polipropileno (1-5).

Los polímeros presentan en general inmiscibilidad, debido a su diferente polaridad y morfología cristalina, lo que genera mezclas con bajas propiedades mecánicas y su uso está limitado, en numerosas situaciones. Sin embargo, debido a que estos polímeros son termodinámicamente incompatibles, sus mezclas conducen, en ocasiones, a sistemas multifásicos (6,7) cuyas propiedades dependen en gran medida de la dispersión mutua de los componentes.

Las propiedades mecánicas de estas mezclas inmiscibles, que presentan una baja adhesión interfacial y una elevada tensión interfacial entre las fases dispersa y la continua, pueden ser modificadas con la adición de un agente compatibilizante (8,9), el cual mejora la adhesión interfacial y la dispersión de una fase en otra.

Hasta el momento, se han realizado varios trabajos para lograr insertar diferentes grupos funcionales sobre el PP en forma de copolímero de injerto, para proporcionar mayor interacción con otros polímeros con la consiguiente disminución en la tensión interfacial entre las fases de los componentes de una mezcla.

Los grupos polares que se han injertado sobre el PP son del tipo ester metílico del ácido itacónico (10), ácido acrílico, isocianatos, anhídrido maléico, entre otros (11). Todas estas reacciones de injerto sobre el PP se llevan a cabo por mecanismos de radicales libres, ya que son más fáciles de realizar a nivel industrial y pueden ocurrir en disolución o en fase fundida (12,13).

Numerosos estudios muestran que la microestructura, la estabilidad de las fases y la adhesión interfacial influyen en gran medida en las propiedades de los compuestos poliméricos. Además, el control de tamaño, la forma y la distribución de la fase dispersa en la matriz, o el grado de continuidad en la mezcla de polímeros, implica un control de las propiedades finales. Se ha puesto mucha atención en encontrar monómeros reactivos que contengan grupos polares en el polipropileno.

El bloque formado puede servir como compatibilizante a la hora de reducir la tensión interfacial, modificar la microestructura, o impedir que la fase dispersa produzca coalescencia durante el proceso de fusión de la mezcla (14,15).

En años anteriores, se ha hecho mayor énfasis en el estudio de la compatibilización reactiva de mezclas de polímeros incompatibles, incrementando así la generación de copolímeros. El principio básico fundamental de la compatibilización reactiva es la capacidad del grupo funcional presente en uno o ambos polímeros para formar injertos o bloques de copolímeros en el momento del mezclado.

El efecto de la reacción química en la morfología de la interfase para mezclas reactivas, depende fundamentalmente de su transformación. Para sistemas estudiados anteriormente por nosotros PP/PA6/AM existen diferentes formas de obtener mezclas con condiciones reactivas y no reactivas; lo ideal es que con una etapa sencilla de mezclado se obtenga la mayor estabilidad morfológica, lo que significa que la mezcla es homogénea y que se obtendrán resultados favorables en los ensayos térmicos y mecánicos (17,18).

Las mezclas PP-PET al igual que las anteriormente estudiadas PP-PA6 ó PP-PA66, han mostrado que se presentan problemas entre las fases. Por esta razón se ha prestado especial atención a los efectos de compatibilización sobre las características morfológicas y mecánicas de las mezclas inmiscibles. También se ha estudiado cómo afectan las características de la mezcla final, el tamaño y la forma de las partículas en la fase dispersa (21).

Un aspecto final que cabe destacar del trabajo es la utilización de materiales reciclados, además de materiales vírgenes, lo que en el caso del PP y del PET resulta del mayor interés, dado el elevadísimo tonelaje de estos productos entre los residuos domésticos e industriales. De este modo se abre una vía adicional a la reutilización de estos materiales de gran consumo, lográndose beneficios económicos, medioambientales y sociales.

2.- METODOLOGÍA EXPERIMENTAL

2.1.- Materias primas

El polipropileno (PP) virgen ha sido suministrado por Repsol YPF y corresponde a un grado no aditivado Isplen T.5. Los PET procedentes de reciclado de botellas ($T_m = 236-250^\circ\text{C}$) han sido suministrados por Alser, S.L.

Para la reacción de injerto se utilizaron el anhídrido maleico (AM), como agente suministrador de grupos funcionales, y peróxido de benzoílo (PBO) como iniciador por radicales libres, ambos fueron suministrados por Aldrich, S.L. y ambos eran grado reactivo de análisis.

2.2.- Procesado

La reacción del PP con el anhídrido maleico (AM) se llevó a cabo en fundido en un reactor de acero inoxidable y agitación a 30 rpm a la temperatura de 180°C .

Para controlar el proceso de injerto se utilizaron como variables: la concentración de peróxido de benzoílo (PBO); la concentración de anhídrido maleico (AM) y el tiempo de reacción, tal como se resume en la tabla 1. El tiempo de reacción se comienza a medir a partir del momento en que se incorpora el PBO a la mezcla, homogeneizada previamente durante 15 minutos del PP fundido y del AM.

Finalizado el tiempo de reacción (s) para la reacción entre PP y AM (indicado en la tabla 1) el producto se lava con 2,3-xileno para eliminar el exceso de iniciador y el AM que no ha reaccionado (y el AM que ha sufrido autopolimerización). Finalmente el PP-g-AM se precipitó con acetona y se secó a 55°C .

Con unos, 0,5 g del PP-g-AM resultante se prepararon películas con un accesorio Film Maker de Specac, 5t/200°C/3min con posterior enfriamiento con agua durante > 10 min, para ser analizado, en cada muestra el porcentaje de injerto de AM (%) mediante FTIR, utilizando un equipo Spectrum 1000 de Perkin Elmer, haciendo 16 barridos para promediar el espectro.

Tabla 1: Simbología de las muestras para la optimización de las variables de reacción entre PP y AM

Muestra n°	PBO (%)	AM (%)	Tiempo reacción (s)	% injerto AM
	0,40	6,50	1200	0,578
	0,50	6,50	360	1,160
	0,50	6,50	600	1,300
	0,50	6,50	780	2,880
	0,50	10,0	360	1,120
	0,50	10,0	600	2,567
	0,50	10,0	780	1,540
	0,90	4,50	1500	0,636
	0,90	4,50	900	0,817
	0,90	8,50	900	1,263
	0,90	8,50	1500	0,290
	1,30	2,50	1200	0,271
	1,30	6,50	1200	1,132
	1,30	6,50	1300	1,083
	1,30	6,50	1200	2,151
	1,30	6,50	1200	0,756
	1,30	6,50	1200	0,562
	1,30	10,0	1200	0,469
	1,50	8,0	900	0,530
	1,50	4,50	1500	0,519
	2,00	6,50	1200	0,809

Se han preparado mezclas PP/PET = 60/40 (con PP sin funcionalizar) y PP-g-AM/PET = 20/80; 40/60; 60/40; 80/20 utilizando una extrusora Standard-Davies de 18 mm de diámetro de husillo con un perfil de temperaturas 265/270/280/285°C.

2.3.- Caracterización

Se han caracterizado por calorimetría diferencial de barrido (DSC) las muestras preparadas (funcionalizadas y las no funcionalizadas) utilizando un calorímetro DSC Mettler a una velocidad de barrido de 10°C/min, previo borrado de la historia térmica.

La dureza Shore D se ha medido con un durómetro colocado sobre un soporte L-61 Baress con el fin de mejorar la repetibilidad de los resultados siguiendo la norma UNE-53130.

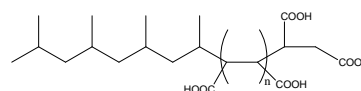
Se ha medido la absorción de agua siguiendo la norma UNE 53028 sobre probetas obtenidas por compresión

en caliente sobre una prensa Moebius Prototipos de 30t con platos calefactables a 275°C (5 min sin aplicar presión y posteriormente aplicando durante 180 s una presión de 10 t). Las probetas así obtenidas se sumergen en agua desionizada durante 48 h determinándose la cantidad de agua absorbida por el método gravimétrico estándar.

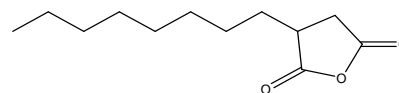
3.- RESULTADOS Y DISCUSIÓN

De los espectros FTIR registrados para las muestras de PP-g-AM se pueden asignar claramente los picos correspondientes al carbonilo siguientes:

- a) 1710 cm⁻¹ correspondiente a vibraciones de estiramiento de los grupos CO en el carboxilo que se ha injertado como ácido sobre el PP :



- b) 1784 cm⁻¹ y 1859 cm⁻¹ que corresponden a grupos carbonilo que se injertan como un anillo de 5 eslabones en el PP, tal como se indica seguidamente:



- c) 1460 cm⁻¹ y 1377 cm⁻¹ debidos a vibraciones de deformación CH₂ asimétrica y simétrica, respectivamente y la del 1164 cm⁻¹ correspondiente a vibraciones de flexión de los grupos CH₃ característicos del PP.

La intensidad de estas bandas se utilizó para la determinación del porcentaje de injerto AM por medio del índice de carbonilo (IC) que se incluye en la tabla 1. Este índice se obtiene midiendo las alturas de las bandas asignadas a los grupos CO procedentes de la reacción de injerto, es decir:

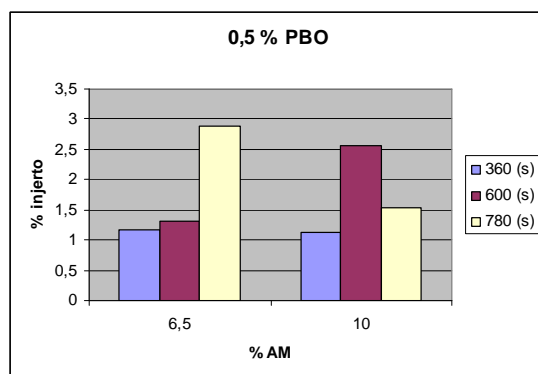
$$I.C = \frac{\text{altura de la banda } 1784\text{ cm}^{-1} + \text{altura de la banda } 1710\text{ cm}^{-1}}{\text{altura de la banda } 1460\text{ cm}^{-1}}$$

Se han normalizado las alturas de las bandas debidas a grupos CO dividiéndolas por la altura asociada a la absorción de los grupos CH₂ (1460 cm⁻¹) que es invariable para el PP.

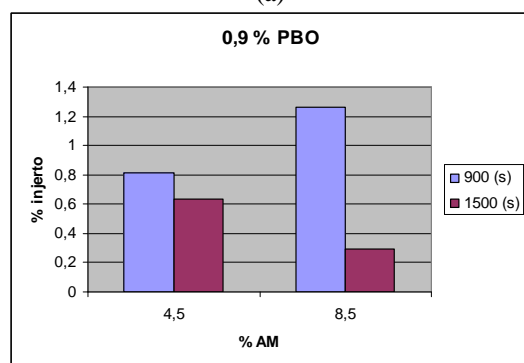
Cuando se estudian los datos de la tabla 1, representando el porcentaje de injerto AM(%) frente a:

- a) la concentración de anhídrido maleico (para % de peróxido y tiempo de reacción constante)(figuras 1a y b)
b) la concentración de peróxido de benzoilo (a % de anhídrido maleico y tiempo de reacción constante

c) el tiempo de reacción (siendo % anhídrido maleico y % peróxido de benzoilo constante) (figura 2a y b)



(a)



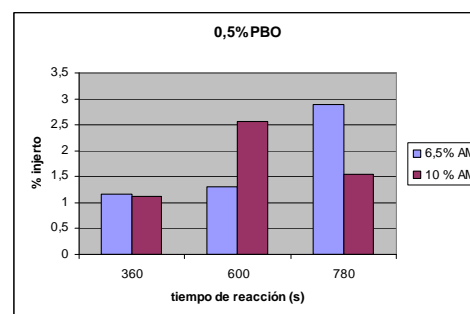
(b)

Figuras 1: Representación del % de injerto incorporado con respecto al % AM incorporado para (a) 0,5% PBO constante y (b) 0,9 % PBO constante a varios tiempos de reacción.

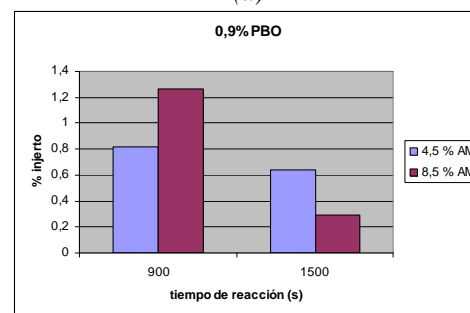
En las figuras 2 (a y b) Se observa que el máximo de porcentaje de injerto se produce para 6,5% de AM y una composición del 0,50% de peróxido de benzoilo y para tiempos de reacción moderados o intermedios (del orden de 13-15 min).

Cuando se estudian los termogramas DSC para el PET puro, PP puro y los de las mezclas PET/PP-g-AM : 80/20; 60/40; 40/60; 20/80 así como para PET/PP = 40/60 pueden observarse varias características de interés.

- La exoterma de cristalización del PET desaparece en todas las mezclas, lo que se puede interpretar en el sentido de que la nueva fase formada por el copolímero PP-g-PET no presenta tendencia a cristalizar durante el calentamiento.
- Las entalpías de fusión son sistemáticamente menores en las mezclas que en los componentes puros, debido a la disminución en la cristalinidad, puesto que el proceso de compatibilización conduce al copolímero.



(a)



(b)

Figuras 2: Representación del % de injerto incorporado con respecto al tiempo de reacción (a) 0,5% PBO constante y (b) 0,9 % PBO constante a varios % de AM.

Cuando se estudian los porcentajes de absorción de agua para las mezclas sin compatibilizar y las compatibilizadas se observa que la cantidad de agua absorbida por el PET disminuye al aumentar la concentración en PP y además, en las mezclas compatibilizadas, la disminución en el % de agua absorbida es mayor que en las no compatibilizadas. Por tanto, la compatibilización es un mecanismo para reducir la absorción de agua y hacer hidrofóbico al PET (cuando éste se mezcla reactivamente con PP-g-AM).

Cuando se estudian comparativamente los valores de dureza Shore para las mezclas, se observa que esta dureza disminuye al hacerlo el porcentaje de PET en la mezcla. La dureza de la mezcla sin compatibilizar es menor que la de la muestra compatibilizada, lo cual parece evidenciar una creciente interacción entre los componentes de la mezcla, lo que conlleva a un aumento en la dureza superficial.

El copolímero debe reducir el tamaño de la fase PET en las mezclas, lo que hace que las mezclas sean menos duras, pero al no ser totalmente miscibles presentan propiedades intermedias entre los de los polímeros individuales.

4.- CONCLUSIONES

Se han logrado optimizar las variables de reacción entre el PP y el AM consiguiéndose injertar un máximo de 2,88% de AM en el PP. La concentración de AM = 6,5% y un 0,50% de PBO y tiempos en el entorno de 12-15 min parecen ser las condiciones óptimas de reacción.

Los termogramas para las mezclas PP-g-AM-PET indican que la cristalización de los polímeros se ve fuertemente afectada por el copolímero formado. El hecho de que disminuyan la temperaturas de fusión y cristalización del PET y que aumente la temperatura de fusión del PP es indicativo de la interacción entre las fases ó la compatibilización.

El copolímero formado en la interfase de las mezclas compatibilizadas reduce los dominios fásicos del PET. Esto conduce a que las mezclas presenten menor dureza pero al no ser totalmente miscibles, tienen propiedades intermedias a las de los polímeros individuales.

La absorción de agua mejora con el aumento del contenido de PP para las mezclas con PP injertado, lo cual es un efecto más de la compatibilización.

No parece haber problema en la preparación de estas mezclas compatibilizadas utilizando materiales reciclados.

AGRADECIMIENTOS

Los autores desean agradecer a la Universidad del País Vasco-EHU y al Gobierno Vasco su apoyo para la realización del trabajo.

BIBLIOGRAFÍA

- [1] Valea, A.; Salas, P.F.; Mondragón, I.; González, M.L.; Proceed. IX Congr. Nal. de Materiales, vol.1, p.225-258 (2006)
- [2] Wong, S.C.; Mai, Y.W.; Polymer 41, 5471 (2000)
- [3] Wong, S.C.; Mai, Y.W.; Polymer 40, 1553 (1999)
- [4] Rosch, J.; Mulhaupt, R.; Polymer Bull 32, 697 (1994)
- [5] Tseng, F.P.; Lin, J.J.; Tseng, C.R.; Chang, F.C.; Polymer 42, 713 (2001)
- [6] Han, C.D.; Kim, Y.W.; Chen, S.J.; J. Appl. Polym Sci. 19, 2831 (1975)
- [7] Fortenly, I.; Michalkova, D.; Mikeskova, J.; J. Appl Polym Sci 59, 155 (1996)
- [8] Salas, P.F.; Mondragón, I.; González, M.L.; Valea, A.; Proceed. XI Congr. Nal propiedades Mecánicas de sólidos (2004)
- [9] Silva, E.F.; Soares, B.G.; J. Appl. Polym. Sci., 60, 1687 (1996).
- [10] Pedram, M.Y.; Vega, H.R.; Quijada, B.; Polymer, vol 42, 4751-4758 (2001)
- [11] Paulo, G.S.; Campos, A.; Márcia, C.A.; Chem. Soc, vol 15, 532-540 (2004).
- [12] Malaika, S.; Kong, W.; Polymer, vol 46, 209-228 (2005)
- [13] Li, Y.; Xiea, X.; Guo, B.; Polymer, vol 42, 3419-3425 (2001)
- [14] Subramanian, N.; Nelson, T.J.; Polym. Plast. Technol. Eng. 32(6), 635 (1993)
- [15] Holsti- Miettinen, R.M.; Seppala, J.V.; Ikkala, O.T.; Reima, I.T.; polym Eng Sci. 34, 395 (1994)
- [16] Wang, Q.; Liu, C.; Chen, Z.; polym J. vol 33, 7, 522 (2001)
- [17] Larsen, K.; Kotlar, H.K.; Gustafson, G.F.; J. Appl. Polym. Sci., 75, 355 (2000).
- [18] Lu, B.; Chung, T.C.; Macromolecules, 32, 2525 (1999).
- [19] Saula, M.; Navarre, S.; Babot, O.; Macromolecules, vol 36, 7469-7476 (2003).
- [20] Santos, P.; Pezzin, S.; Journal of Materials Processing Technology vols 143-144 pp 517 (2003).
- [21] Shi, D.; Yang, J.; Yao, Z.; Polymer vol 42, pp 5549-5557 (2001)

MODIFICACION DE RESINAS EPOXIDICAS CON POLICARBONATO

Valea, A.; Mondragón, I.; González, B.; González, M.L.

Departamento de Ingeniería Química y del Medio Ambiente (Universidad del País Vasco)
EUITI de Bilbao. Plaza La Casilla, 3,
48012 Bilbao. España
Email: angel.valea@ehu.es

ABSTRACT

The tensile properties of an carboxyl-terminated elastomer-modified epoxy/ polycarbonate binary system and an carboxyl-terminated elastomer-modified epoxy/ diglycidylether of bisphenol A (DGEBA)/polycarbonate ternary system were investigated. The tensile strength and tensile elongation of both the binary system and the ternary system were improved by the incorporation of polycarbonate. In the elastomer modified epoxy/polycarbonate blend the tensile elongation the tensile elongation reached its maximum value at a polycarbonate content of approximately 10 pphr by weight, with this maximum being approximately one and a half times higher than that of the unblended elastomer modified epoxy. The tensile strength was also clearly increased by blending with small amounts of polycarbonate, but soon reached a steady value. In the ternary system, the tensile properties were dependent on the weight ratio of (elastomer modified epoxy)/ DGEBA. In absence of polycarbonate, as this ratio increased, the tensile elongation also increased, while at the same time the tensile strength decreased. The tensile properties were also improved in this system by blending with PC. From the results obtained, it was clear that the improvement in tensile properties was related to the changes in morphology.

RESUMEN

Se han investigado las propiedades en tracción de un sistema binario formado por una resina epoxídica modificada con un elastómero terminado en carboxilo/ policarbonato y de un sistema ternario formado por una resina epoxídica modificada con un elastómero terminado en carboxilo/resina de diglicidiléter de bisfenol-A (DGEBA)/policarbonato. Se ha comprobado que la resistencia en tracción y el alargamiento en tracción de ambos sistemas binario y ternario, mejoran por la incorporación del policarbonato. En la mezcla binaria resina epoxídica modificada con elastómero/policarbonato el alargamiento en tracción alcanza su valor máximo cuando el contenido en policarbonato es aproximadamente 10 pphr en peso, resultando que este máximo es aproximadamente 1 y 1,5 veces mayor del que presenta la resina epoxídica modificada con elastómero pero sin mezclarla con el policarbonato. La resistencia en tracción resultó aumentada también cuando se mezcla la resina modificada con el elastómero con pequeñas cantidades de policarbonato, pero por el contrario se alcanza un valor constante en esta propiedad. En los sistemas ternarios, las propiedades en tracción resultan dependientes de la relación en peso de (epoxi modificada con elastómero)/DGEBA. En ausencia de PC añadido, a medida que esta relación aumenta, el alargamiento en tracción aumenta también mientras que, al mismo tiempo, disminuye la resistencia en tracción. En este sistema también pueden mejorarse las propiedades en tracción mediante el mezclado con PC. A partir de los resultados obtenidos, parece claro que la mejora en las propiedades mecánicas está relacionada con cambios en la morfología y microestructura del material.

KEY WORDS: resinas epoxídicas;epoxídicas modificadas; policarbonato; propiedades mecánicas.

1. INTRODUCCION

Las resinas epoxídicas son uno de los tipos mas importantes de polímeros termoendurecibles y se utilizan profusamente como matriz para los plásticos reforzados con fibras (1,2), en adhesivos y pinturas/recubrimientos, aunque tienen el inconveniente de ser relativamente frágiles. Desde hace algún tiempo se ha investigado la modificación de resinas epoxídicas con elastómeros o con termoplásticos en un intento de mejorar su tenacidad.

En este sentido cauchos de butadieno-acrilonitrilo terminados en carboxilo (CTBN) (3,4), elastómeros acrílicos (5,6) y cauchos de silicona (7), utilizados como elastómeros para conferir tenacidad y poliimidas (8,9) y poliéterétercetonas (10-13) utilizados como termoplásticos suministradores de tenacidad, se han mezclado satisfactoriamente para mejorar la tenacidad de las resinas epoxídicas.

En este trabajo, se presentan los resultados de propiedades mecánicas en tracción y la relación

existente con la morfología, para resinas epoxídicas modificadas con elastómero y con policarbonato. Puesto que el PC se utiliza como un plástico de ingeniería dúctil, puede considerarse, de hecho, como un termoplástico que confiere tenacidad (14).

La resina epoxídica modificada con elastómero, en sí misma y varios sistemas formados por la resina epoxi modificada con elastómero + resina DGEBA, serán utilizados como materiales de referencia para comparar las morfologías y las propiedades en tracción de las mezclas (binarias) resina epoxi modificada con elastómero (CTBN) con PC y en mezclas (ternarias) de resina epoxi modificada con elastómero (CTBN) con DGEBA y PC.

2, METODOLOGIA EXPERIMENTAL

La resina epoxídica utilizada en este estudio es una resina epoxídica DGEBA suministrada por Ciba-Geigy (GY-260) que tiene un equivalente epoxi (EEW) de 193 g. Como agente de curado se ha utilizado el 4,4'-diaminodifenilmetano (DDM) suministrado por Ciba-Geigy (HY 972).

La resina epoxídica modificada con elastómero (CTBN) se preparó haciendo reaccionar la DGEBA con caucho butadieno-acrilonitrilo terminado en carboxilo (CTBN) que fue suministrado por Aldrich y tiene un EEW de 403 g. El contenido de CTBN en la resina modificada fue del 42% wt.

El policarbonato, corresponde a un Makrolon (M = $1,56 \cdot 10^4$ D) fue suministrado por Bayer.

2.1.- Preparación de las mezclas y procedimiento de curado

La mezcla binaria resina epoxi modificada con elastómero (CTBN) y la mezcla ternaria formada por la resina epoxi modificada con elastómero + resina DGEBA+ PC, se prepararon por el método de disolución-evaporación. Es decir, en cada caso la mezcla se disolvió en triclorometano y se agitó. Sobre la disolución homogénea resultante se procedió a evaporar el disolvente. El residuo viscoso formado se calienta durante 60 min. A 170°C.

Seguidamente se añade el agente de curado, DDM, a la resina (previamente precalentada a 110- 120 °C) y se agita nuevamente hasta alcanzar una mezcla clara y transparente. Esta mezcla final se cuela en el molde precalentado a 170 °C y después de curar a esta temperatura durante 1h se obtienen filmes de unos 0,2 mm de espesor.

2.2.-Ensayos

Los ensayos de tracción se llevaron a cabo sobre una máquina universal de ensayos de sobremesa

Hounsfield a temperatura ambiente (23 °C) utilizando probetas rectangulares (5,0 x 25,0 x 0,2 mm³) midiéndose no menos de 5 probetas en cada caso para obtener el valor medio de la propiedad. En todos los casos la velocidad de ensayo fue de 5 mm·min⁻¹.

La morfología de las muestras se estudió por microscopía electrónica de barrido, utilizando un S.E.M. Jeol 5510, sobre muestras tratadas con tetraóxido de osmio (OsO₄).

3. RESULTADOS Y DISCUSION

3.1.-Sistemas binarios formados por: (resina epoxi modificada con elastómero) / PC.

El efecto de la concentración del policarbonato sobre las propiedades en tracción del sistema binario se recoge en la Tabla 1.

Tabla 1: Resistencia en tracción (MPa) y alargamiento en tracción (%) para el sistema binario epoxi modificada con elastómero/PC

PC (phr)	Resistencia en tracción (MPa)	Alargamiento en tracción (%)
0	3,8	36,8
2,0	10,0	41,0
5,0	15,4	43,8
10,0	21,6	56,2
20,0	23,8	41,3
25,0	24,6	37,2
30,0	23,1	36,7
31,0	22,7	34,8

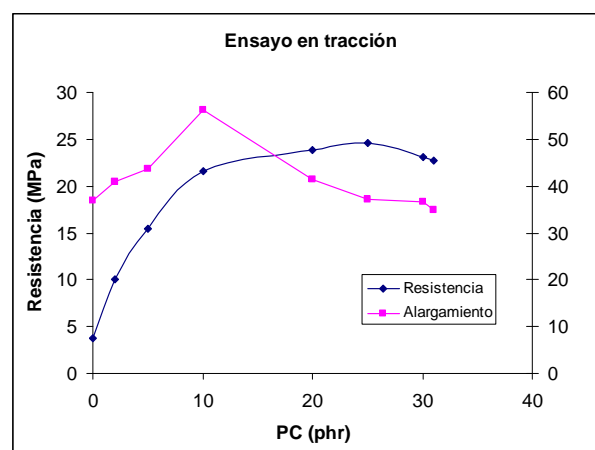


Figura 1: Variación de la resistencia a tracción y el alargamiento en sistemas binarios epoxi/modificada con elastómero/PC

Como puede verse, en la figura 1. la resistencia en tracción y el alargamiento en tracción mejoran cuando se mezcla la resina epoxídica modificada con el policarbonato, si tomamos como referencia la propia resina epoxídica modificada con el elastómero. En

particular, su resistencia en tracción aumenta marcadamente incluso por la adición de pequeñas cantidades de PC (p.ej. 5 pphr). Para elevadas concentraciones de PC después de alcanzar un valor máximo (para aproximadamente 10 pphr de PC) disminuye ligeramente la resistencia en tracción.

El alargamiento a rotura, paralelamente, alcanza un valor máximo para una concentración de aprox. 10 pphr y para concentraciones mayores de PC se observa una disminución aguda que debería considerarse en el diseño de aplicaciones para estas mezclas.

El aumento en la resistencia en tracción, cuando se mezcla la resina epoxídica (modificada con elastómero) con el PC se puede justificar ya que el propio PC utilizado tiene una resistencia en tracción de unos 60-70 MPa. En este sentido puede considerarse que el PC actuaría como una carga orgánica. Sin embargo, si el PC se dispersa solamente en la matriz epoxídica, sin interacciones de ningún tipo, en la interfase entre el PC y la resina epoxídica (modificada con elastómero), es difícil entender por qué una concentración precisamente de 10 pphr es capaz de mejorar el alargamiento en tracción de la propia resina epoxídica (modificada con elastómero). La razón de que se produzca una disminución en el alargamiento a rotura cuando la concentración de PC aumenta hasta 20 pphr tampoco tiene una justificación evidente. Podría suponerse que durante el proceso de mezclado se producen interacciones entre el PC y la propia resina epoxídica (modificada con el elastómero).

Cuando se estudia la microestructura de las muestras de mezclas binarias con concentraciones crecientes en PC mediante microscopía electrónica de barrido (SEM) después de tratarlas con tetraóxido de osmio (OsO_4) para mejorar el contraste entre las fases, se observa que en los sistemas de resina epoxídica (modificada con elastómero) la fase rica en CTBN forma una fase continua en la matriz con una fase dispersada rica en epoxi, con un tamaño de partículas esféricas dispersas de unos 1,5 μm de diámetro aprox. Puesto que el modificador CTBN constituye aprox. un 42% en peso en este sistema, esta microestructura podría ser razonable.

El cambio que se observa en las propiedades mecánicas, esto es, la disminución en resistencia en tracción y el aumento en capacidad de alargamiento puede explicarse por el cambio en la morfología producido con respecto a la propia resina epoxídica (sin modificar). En el sistema binario formado por resina epoxídica modificada (con elastómero) mezclada con 5,0 pphr PC la fase rica en CTBN forma una matriz continua, parecida a la que se observa en los sistemas curados si mezclar. Sin embargo, en este caso, el tamaño de las partículas esferoidales dispersadas, ricas en epoxi, es mas pequeño, aproximadamente 0,5 μm de diámetro.

A medida que aumenta la concentración de PC por encima de 10 pphr, el tamaño de las partículas epoxi dispersas sigue disminuyendo (se hace menor de 0,1 μm de diámetro) y por tanto no hay separación de fase visible.

Este cambio en la morfología puede explicarse considerando que la fase epoxi (en la resina epoxi modificada con elastómero) y el PC son miscibles en cierta medida o interaccionan entre sí (en trabajos anteriores hemos demostrado esta hipótesis entre PC y el butadieno del elastómero modificador de la resina epoxídica) con aumento en la miscibilidad de la fase CTBN en la resina epoxídica modificada (por elastómero) inducido por el tratamiento de precalentamiento (170 °C durante 45 minutos). Este hecho, referente al aumento en la miscibilidad de DGEBA y PC por el mezclado en fundido también se ha descrito en la bibliografía (15-18); el peso molecular del PC disminuye, y la concentración de grupos OH fenólicos aumenta a medida que el tiempo de mezclado aumenta, cuando se calienta DGEBA con PC.

A partir de estos resultados, se puede proponer que hay algún tipo de reacción de degradación química, tal como una hidrólisis o una transesterificación, durante el mezclado en fundido, que genera aumento de grupos OH y reduce el peso molecular del PC.

Puesto que los grupos fenólicos OH pueden reaccionar con los grupos glicidilo también, el PC degradado puede reaccionar con la resina epoxídica, y así se comportaría como un compatibilizante en el sistema formulado epoxi/ PC/ CTBN.

3.2.- Sistema ternarios formados por (resina epoxi modificada con elastomero)/ DGEBA/ PC.

En estos sistemas las propiedades en tracción dependen de la relación en peso entre resina epoxi modificada (con elastómero) con respecto a la DGEBA y la presencia de PC en el sistema, como puede verse en la Tabla 2

Tabla 2: Influencia del PC sobre las propiedades en tracción del sistema ternario: epoxi modificada (por elastómero)/DGEBA/PC.

DGEBA (phr)	Resistencia a tracción (PMa)		Alargamiento en tracción (%)	
	Sin PC	Con 12 pphr PC	Sin PC	Con 12 pphr PC
0	3,8	22,1	36,8	58,2
25	5,2	29,1	11,6	39,8
40	10,4	33,8	3,8	24,1
60	27,2	44,8	3,2	14,2
80	49,6	59,3	3,9	12,2
100	63,4	-	7,6	7,5

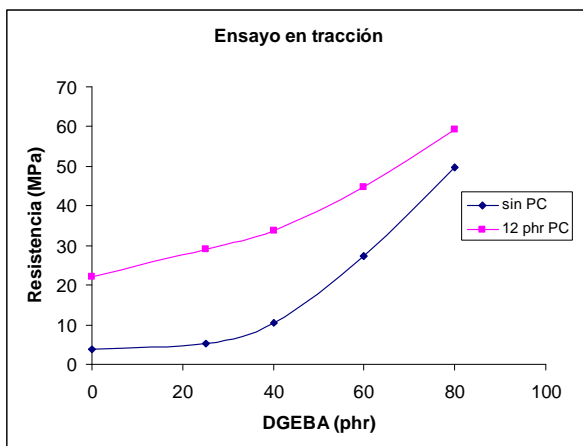


Figura 2: Influencia del PC sobre los valores de resistencia en tracción del sistema ternario: epoxi modificada (por elastómero)/DGEBA/PC.

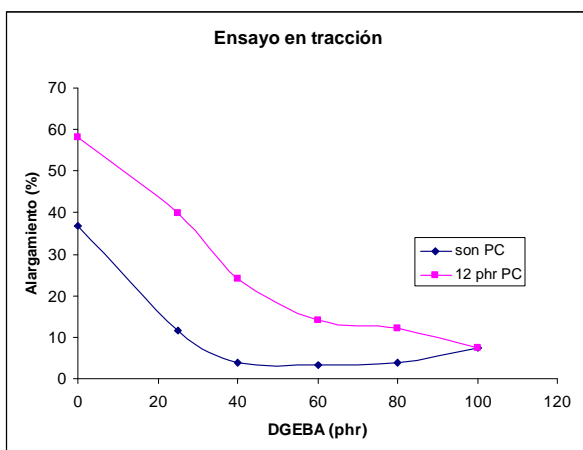


Figura 3: Influencia del PC sobre los valores del alargamiento en tracción del sistema ternario: epoxi modificada (por elastómero)/DGEBA/PC.

En las figuras 2 y 3 se observa que a medida que aumenta la relación (epoxi modificada con elastómero)/DGEBA, lo hace también la capacidad de alargamiento, aunque disminuye simultáneamente la resistencia en tracción. Estos resultados se entienden también considerando los cambios en la densidad de reticulación y en el contenido de elastómero CTBN. Es evidente que mezclando PC con el sistema: (epoxi modificada con elastómero)/DGEBA, mejorarán las propiedades en tracción con respecto al mismo sistema sin PC, como ya se ha discutido para el caso de los sistemas binarios anteriores. Por ejemplo, la incorporación de 12 pphr de PC en el sistema (epoxi modificada con elastómero)/DGEBA = 75/ 25 (% wt.) hace aumentar la resistencia en tracción desde 5,2 MPa hasta 29,1 MPa y el alargamiento aumenta desde 11,6% hasta 39,8% (de acuerdo con la Tabla 2).

Cuando se estudia la microestructura, por microscopía electrónica de barrido (SEM), puede apreciarse que

esta mezcla (epoxi modificada con elastómero)/DGEBA = 75/ 25 (% wt.) está formada por un sistema bifásico. Una fase rica en epoxi que forma la matriz continua, con una fase dispersa rica en CTBN. El tamaño de las partículas dispersas de la fase rica en CTBN es relativamente grande, del orden de 10-15 μm . de diámetro.

De acuerdo con esto puede deducirse que la miscibilidad de la DGEBA y el CTBN no es suficientemente buena para formar una estructura microdispersa en estas condiciones, y ocurre una inversión de fase para contenidos de DGEBA menores del 25% wt. Por otro lado, la morfología del sistema (epoxi modificada con elastómero)/DGEBA = 75/ 25 (% en wt.) mezclada con 12 pphr de PC sí produce esa morfología microdispersada con tamaño de partícula menor de 0,1 μm . similar a la que se observa para los sistemas binarios epoxi modificada (con elastómero) mezclada con concentraciones mayores de 10 pphr de PC. Por tanto, el cambio en la morfología de estos sistemas puede deberse al PC (o a los productos de la reacción de este PC) que actúa como compatibilizante entre las fases epoxídica y CTBN, como antes se ha descrito para los sistemas binarios: epoxi modificada (por elastómero)/PC, anteriormente discutidos.

4. CONCLUSIONES

1.- La mezcla con PC de las resinas epoxídicas modificadas (con elastómero) o con sistemas (resina epoxídica modificada con elastómero/ DGEBA) mejoran las propiedades en tracción y esta mejora se puede correlacionar con cambios en la morfología.

2.- Aunque la morfología en sistemas de resina epoxi modificada y de resina epoxi modificada/ DGEBA = 75/ 25 (% en wt.) muestran diferentes estructuras bifásicas, se puede obtener una microestructura dispersa de pequeño tamaño de partícula (menor de 0,1 μm .) cuando se mezclan con cantidades pequeñas de PC (del orden de 10-15 pphr). Estas microestructuras tienen buenas propiedades mecánicas y se puede sugerir que el PC se introduce en la matriz epoxídica, jugando este PC un papel de compatibilizante que conduce a mejoras en la miscibilidad de las fases epoxídica y de CTBN.

3.- Se puede concluir que el aumento en la resistencia en tracción es consecuencia de esta microestructura en los sistemas mezclados con PC. Es conocido que esta estructura fásica tiene un significativo efecto sobre la tenacidad de los materiales, por lo que los cambios morfológicos a estructuras microdispersadas y la mejora resultante en propiedades en tracción se encuentran relacionadas entre sí.

4.- Es de esperar que diferentes pesos moleculares (o sus M.F.I.) del PC sean capaces de modificar de forma

diferente la morfología y propiedades mecánicas de estos sistemas binarios epoxi modificada (con elastómero) y ternarios epoxi modificada (con elastómero)/ DGEBA, tal como ya demostramos en otros trabajos anteriores.

AGRADECIMIENTOS

Los autores desean expresar su agradecimiento a la Universidad del País Vasco- E.H.U. y al Gobierno Vasco, por las ayudas recibidas para la realización de los trabajos.

BIBLIOGRAFIA

- [1] Clayton, A.May; "Epoxy Resins: Chemistry and Technologies" Marcel Dekker Inc. N.Y. (1988)
- [2] Kamon, T.; Furukawa, H. in Epoxy Resins and Composites IV. "Advances in Polymer Science" 80, Dusek, K. Ed. Springer Verlag 173 (1986)
- [3] Valea, A.; Salas, P.F.; Mondragón, I.; González, M.L.; "Propiedades termomecanicodinámicas de resinas epoxídicas modificadas" Proceed. XXII Reunión Grupo Español de Fractura (2005)
- [4] Valea, A.; Mondragón, I.; González, M.L.; "Propiedades termomecanicodinámicas de resinas epoxídicas modificadas con partículas procedentes de VFU". Proceed. IX Congr. Nal. de Materiales (2006).
- [5] Ijima, T.; Tomoi, M.; Suzuki, M.; Kakiuchi, H; Europ. Polym. Tour, 27, 817 (1991)
- [6] Valea, A.; Mondragón, I.; Juanes, F.J.; González, M.L.; "Influencia de la formulación de una resina modacrílica sobre las propiedades mecánicas y térmicas" Proceed. IX Reunión. Del Grupo Especializado de Polímeros (2005)
- [7] Kasemura, T.; Kawamoto, K.; Kashima, Y.J.; J. Adhesión 33, 19, (1990)
- [8] Bucknall, C.B.; Gilbert, A.H.; Polymer, 30, 213, (1989)
- [9] Nishi, S.; Sasaki, S.; Hasuda, Y.; Am. Chem. Soc. Div. Polym. Chem. Polym. Prep. 28, 175, (1987)
- [10] Bennet, G.S.; Farris, R.J.; Thompson, S.A.; Polymer, 32, 1633, (1991)
- [11] Qipeng, G.; Jinyu, H.; Binyao, L.; Tianlu, C.; Hongfang, Z.; Zhiliu, F.; Polymer, 32, 58, (1991)
- [12] Hedrick, J.L.; Yilgor, I.; Wilkes, G.L.; McGrath, J.E.; Polym. Bull. 13, 201, (1995)
- [13] Yamanaka, K.; Inoue, T.; Polymer 30, 662, (1989)
- [14] Valea Pérez, A.; Mondragón Egaña, I.; González Arce, M.L.; "Propiedades de una aleación de PC/ABS en función de las condiciones de procesado" Proceed. VIII Congr. Nal. de Materiales (2004)
- [15] Natura, K.; Osako, T.; Fujisawa, K.; Nozue, I.; Inoue, T.; Novell, P.A.; Stanfod, J.L., Polym. Prep. Jpn. 40, 805, (1991)
- [16] Takahashi, A.; Yamamoto, K.; Hagiwara, S.; Nanaumi, K.; Polym. Prep. Jpn., 40, 806, (1991)
- [17] Bucknall, C.B.; Partridge, I.K.; Jayle, L.; Nozue, I.; Fernyhough, A.; Hay, J.N.; Advances in Polymeric Matriz Composites. Proceed. 203rd Am. Chem. Soc. Nal Meeting (1992)
- [18] Ohsako, T.; Nagura, K.; Nozue, I.; Chiba, T.; Kanayama, S.; Takada, T.; Umemura, T.; The Society of polymer Science IIN 26 Jpn 41st Annu. Meeting (1992).

DAMAGE EVALUATION AND REPAIR OF COMPOSITE STRUCTURES

Gary Savage & Mark Oxley,
Honda Racing F1 Team

ABSTRACT

The chassis of a Formula 1 car is constructed for the most part from carbon fibre reinforced composite materials. Primary structures such as the monocoque/survival cell, suspension and gearboxes and the overwhelming majority of secondary structures (floor, bodywork etc.) are routinely produced using such materials. During the operation of the vehicles it is fairly commonplace for composite components to sustain a degree of damage. The level of damage varies from being very minor (small holes and dents from stone strikes etc.), to very serious structural damage to major components resulting from accidents. Although F1 Teams operate with large budgets, the funding available is finite and the logistics very tight such that there is a need, wherever possible, to repair and return to service damaged parts rather than scrap and replace them. This must of course be done in such a way that the safety and performance of the cars are in no way compromised. The repair of composite structures is a far from trivial exercise; the degree of damage must be assessed and a repair scheme “designed” and implemented in the shortest possible time. The degree of invasive “surgery” is kept to the minimum and all corrective work carried out must be fully documented and capable of future condition monitoring as part of the Team’s Total Quality Management (TQM) process. Additionally, repair techniques may be used to arrest or even reverse progressive damage (analogous to metal fatigue) within composite structures thus preventing major failures and extending their service lives. Commonly used repair techniques and methodologies are discussed and illustrated with practical examples culminating with the repair of major structural damage to the monocoque.

1. INTRODUCTION

Composite structures have been used in the production of racing cars since the mid 1930’s (1). The application of composites in race cars has increased in tandem with advances in materials technology in general and has mirrored developments within the aeronautical industry. Fibre reinforced plastic composites were first used in relatively simple lightly loaded covers and fairings. The 1980’s saw the introduction and extensive use of adhesively bonded honeycomb core sandwich materials as primary chassis monocoque structures. Over subsequent decades the exploitation of composites mushroomed into further primary structures including wings, suspension and gearboxes (2). Today these materials are by some margin the dominant structural materials used in the manufacture of Formula 1 vehicles. As a consequence operational processes need to be developed so that such structures may be maintained and repaired if damaged. In common with the manufacture of the composite components themselves, the design and manufacture of the repair scheme are intimately related. Several major factors must be addressed and understood in the overall repair process; the repair scheme must be developed on damage significance. The aim of the repair is to restore the structural integrity over the design lifetime of the part. When necessary, the simplest scheme possible should be applied with the minimum of surgery. The more complex the repair solution, the more likely something is to go wrong! Generally when repairs do fail it is because of some detail hidden within the repair itself leading to the repair falling off when least expected. Total quality management and condition monitoring of the repair are therefore just as important,

if not more so, than the parent structure. Nevertheless, it is possible to effect repairs which are at least as strong, if not more so, than the original structure with minimum weight penalty. The key elements, as with all composite technology, are sound engineering, vigilance and experience.

2. BASIC REPAIR SCHEMES

The different types of repair applied to the thin composite structures used in Formula 1 are based around four basic configurations. More complex repairs are generally executed by a combination of these schemes in the same way that complex bonding operations have evolved from a combination of a small number of simple processes (3).

2.1. *Repair plug*

A small cosmetic plug repair is all that is necessary when the significance of damage is slight and the primary aim is for environmental protection. Repairs of this type have been used on racing cars since the very first application of composites in secondary structures. When carrying out such a repair it is not always necessary to remove the damaged material, but it is imperative that the area is fully cleaned and any debris removed if the operation is to be a success. The damaged area is filled with an appropriate “potting compound”. If required this may be sealed with a hand lay-up composite patch (Figure 1). A typical example of this type of repair is shown in Figure 2 where a resin plug has been used to seal a small leak in a composite gearbox.

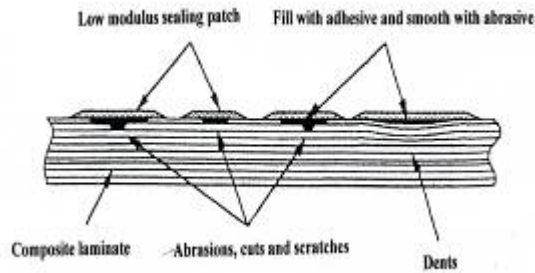


Figure 1. Non-structural cosmetic plug repair.



Figure 2. Resin plug used to repair a small leak in a composite gearbox.

2.2. Resin injection

Local stiffness may be restored in a delaminated or disbanded structure by the injection of resin or a thixotropic adhesive into the damaged area (Figure 3). This is done by drilling two small holes in the surface down to the defect. One hole is used to inject the resin with the other acting as a vent. Figure 4 shows an example of such a scheme in which resin injection was used to repair a disbanded chassis insert. This repair method appears very simple to apply, but there are a number of drawbacks. Generally toughened resins are more viscous than one would like for easy injection, drilling the holes can possibly make the damage worse and it is difficult to discern how successful the repair has been without sophisticated NDT and post repair testing. A degree of skill and experience is therefore mandatory when carrying out these operations.

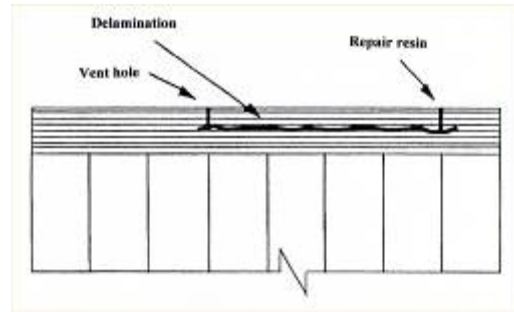


Figure 3. Resin injection repair schematic.

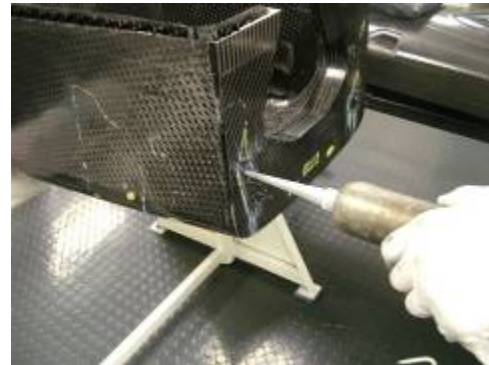


Figure 4. Minor chassis repair using resin injection.

2.3. Laminated doubler patch

In cases where the severity of the damage is increased, a degree of load transfer over the damaged region will be required. This is particularly true of thin skins and honeycomb structures. A repair of this type must be both cosmetic and structural (Figure 5). The damaged composite material must be removed and any core material either replaced with the same (honeycomb or foam) or a solid insert over which is bonded a composite patch. These patches can vary from simple flat panels to being complex components in their own right (Figure 6). The bonding on of a pre-cured composite patch is particularly useful for “in the field repairs” allowing a damaged component to be fixed quickly at the circuit for further operation. Repairs of this type may be subsequently removed at the factory to be replaced with something more substantial applied under more controlled conditions.

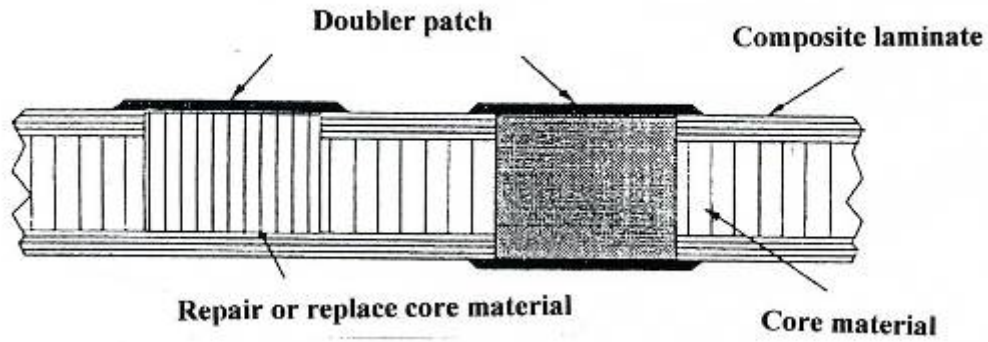


Figure 5. Semi-structural bonded doubler repair.



Figure 6. Structural repair to a composite gearbox using a pre-cured patch.

Doubler repairs are often used to repair fatigue cracks in metallic components. The bonding of a patch which is stiffer than the parent material will enable load transfer across the defected area stopping the propagation of the fatigue crack. Figures 7 & 8 show this technique being applied to an aluminium clutch “spider” and an

aluminium/silicon carbide MMC upright respectively, in both cases ultimate failure did not occur in the repaired area.

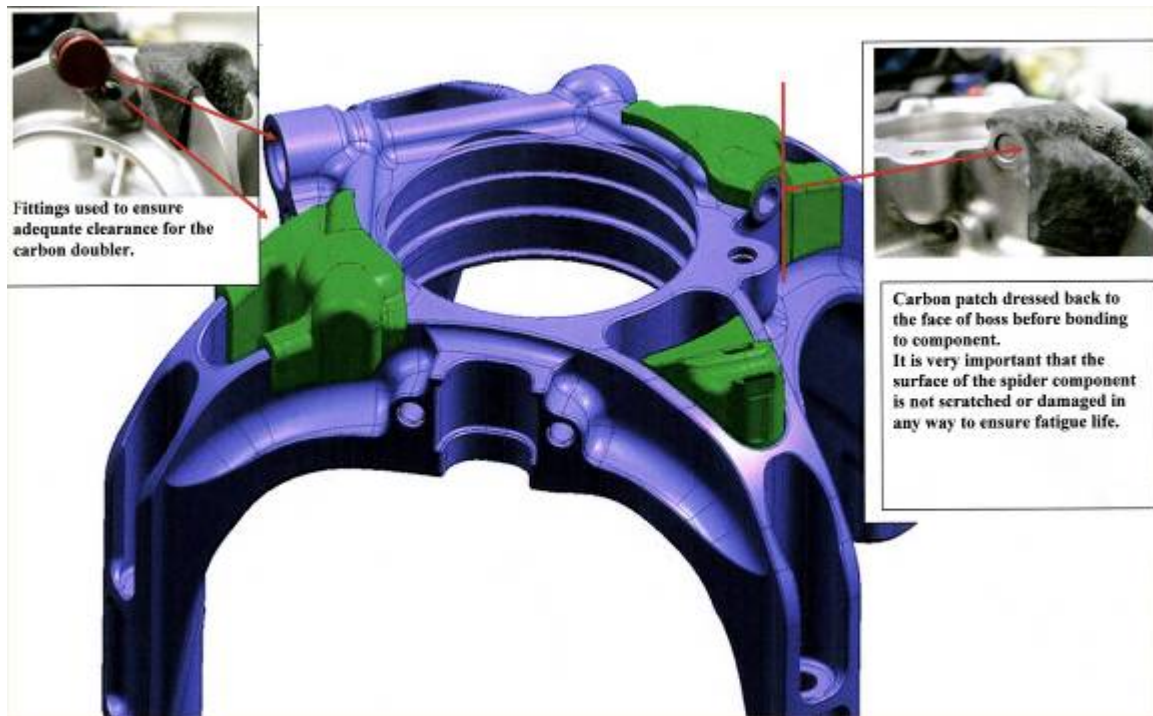


Figure 7. Using a composite patch to repair a fatigue crack in an aluminium component.



Figure 8. Composite patch used to repair a damaged MMC component.

2.4. Scarfed patch

In relatively thin composite structures, when the degree of damage is large, it is more efficient to apply a flush bonded patch in order to restore the component's structural integrity. A repair of this genre has the added benefit of being aerodynamically smooth and is the preferred method for fixing holes in wings due to foreign object debris for example (Figure 9). The repair process involves removing all damaged material followed by carefully chamfering (scarfing) the edges of the hole out. The patch is designed and trimmed to fit

into the hole. It may either be pre-cured and secondary bonded or co-cured to the damaged area. Experience with highly stressed components has led the Honda F1 Team to the belief that the former method is superior in strength restoration. The more simple two stage operation means that there is less to go wrong and guarantees the integrity of the patch before it is applied. The doubler patches are generally very thin and designed to mimic the parent structure as closely as possible. A schematic illustration of this type of repair is shown in Figure 10.



Figure 9. Scarfed patch repair to leading edge of wing.

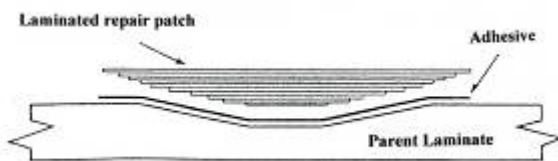


Figure 10. Schematic diagram of scarfed patch repair configuration.

3. DAMAGE ASSESSMENT

There are many types and combinations of cosmetic and structural damage that may be incurred by a Formula 1 car in service (or handling!) but they may be categorised into four distinct types.

Matrix cracks are intralaminar cracks constrained within a ply (Figure 11). Generally the effect of such cracking is negligible unless stress analysis predicts a loss in local stiffness may lead to a significant (greater than 5%) loss in global stiffness of the component. Matrix cracking on the surface of a component must always be addressed however using a simple plug repair in order to prevent moisture and other environmental ingress which would make the damage worse. A degree of experience is required when deciding whether or not to repair subsurface matrix cracking using resin injection. Repair by resin injection is invasive and can, in certain circumstances, do more harm than good. This must be balanced against the knowledge that matrix cracks may be the precursor to delamination, which will significantly weaken the structure (Figure 12).

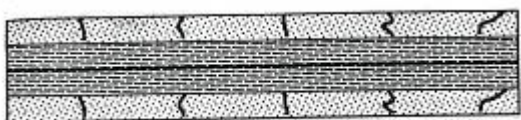


Figure 11. Matrix cracking.

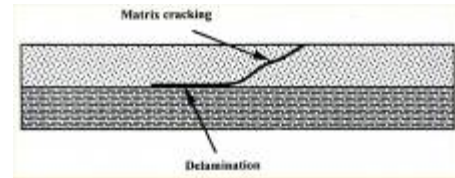


Figure 12. Matrix cracking as a precursor to delamination.

The effect of **delamination** upon the structure depends upon the extent of damage, location and depth with respect to the local stress conditions. The reduction in component strength due to delamination is often small or insignificant under tensile loading but may lead to catastrophic failure under compression. The mechanism of failure of delaminated components under compressive loading is complex but is generally thought to involve the delaminated area propagating as a consequence of local buckling until the component can no longer support the load. The preferred method of repair for delamination is resin injection although in more severe/critical areas it may be necessary to augment or replace the damaged area with an adhesively bonded patch.

Disbonds in adhesively bonded joints (Figure 13) are similar to delamination in composite materials. Under static loading disbonds are only considered a problem if their size is large in comparison with the “elastic trough” of the bond area. This is the central area of the bond which behaves elastically under load i.e. the part of the bond at a distance from the free surfaces that are not affected by peel loads (3, 4). There is a concern over the local stress concentration effect both in the substrate and the adhesive as a consequence of loads bypassing the discontinuity. This can be manifest in the disbond growing under cyclic loading and may lead to progressive failure in a manner similar to fatigue in metals (3). All adhesive bonds contain defects and, with the correct NDT equipment, they are relatively easy to find. What is difficult however is deciding the significance of the defects and whether or not they require repair. The preferred method of repair of disbonds is by resin or adhesive injection although in more severe cases it may be necessary to add an externally bonded composite doubler patch (Figure 14).

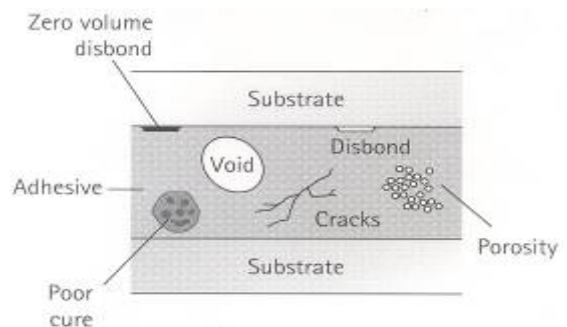


Figure 13. Disbonds and other defects in bonded joints.



Figure 14. Repair of disbonded wishbone using doubler repair patches.

Very severe damage results in **fibre fracture and holes**. The repair of such damage demands the removal of all damaged material and reshaping the subsequent hole to a simple regular geometry. The stress analysis to ascertain the level and significance of the damage and effectiveness of the repair is carried out on this more reproducible hole size and shape. The notched geometry, with and without repair is evaluated prior to the application of a doubler or scarfed patch.

4. DESIGN AND EXECUTION OF THE REPAIR

The approach taken when executing repairs is to restore the structural integrity of the component as closely as possible. The aim is to achieve this in such a way that the repair scheme is as simple as possible, fully documented and easily verified and monitored by NDT. A straightforward 10-step process is used (Table 1) such that the repair follows exactly the same design and operational procedures as would a “virgin” component.

Step	Procedure
1	Identify the damage
2	Assess the full extent of any damage
3	Analyse the damaged stress condition
4	Design the repair scheme
5	Remove damage where necessary and prepare the parent structure
6	Manufacture repair patches etc
7	Fit repair scheme
8	Carry out post repair NDT to verify structural integrity
9	Fully document repair
10	Condition monitor repair

Table 1. 10-step process for composite repair.

Identifying the damage can vary from being a very simple task when it is very pronounced (following a major impact for example) to being extremely difficult in cases when it is inferred by a reduction in performance (generally stiffness). Techniques used thus vary from a rudimentary visual inspection to a combination of mechanical and other non-destructive testing (X-ray, ultrasound etc) depending on the extent and location within the component.

Once it is proven that the part is damaged, more sophisticated methods of NDT are used to map the entire damaged region to **assess its full extent**. It is critical that this examination be as thorough as possible because composites are complex materials and much of the damage can easily be hidden under the surface.

Damage analysis (Figures 15 & 16) is used to determine the type of repair required. The damaged stress condition is calculated and the residual mechanical performance compared with the design criteria to evaluate what is required to return the part to its “former glory”.

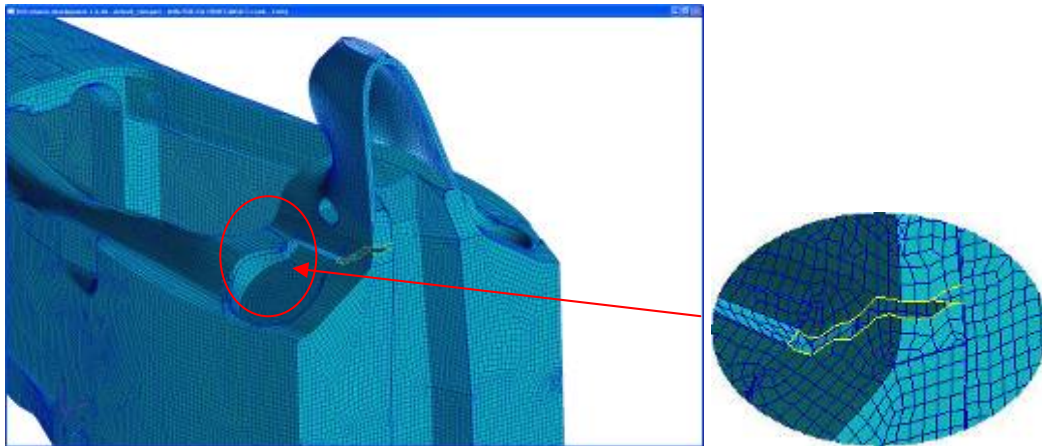


Figure 15. Modelling a damaged area in the chassis.

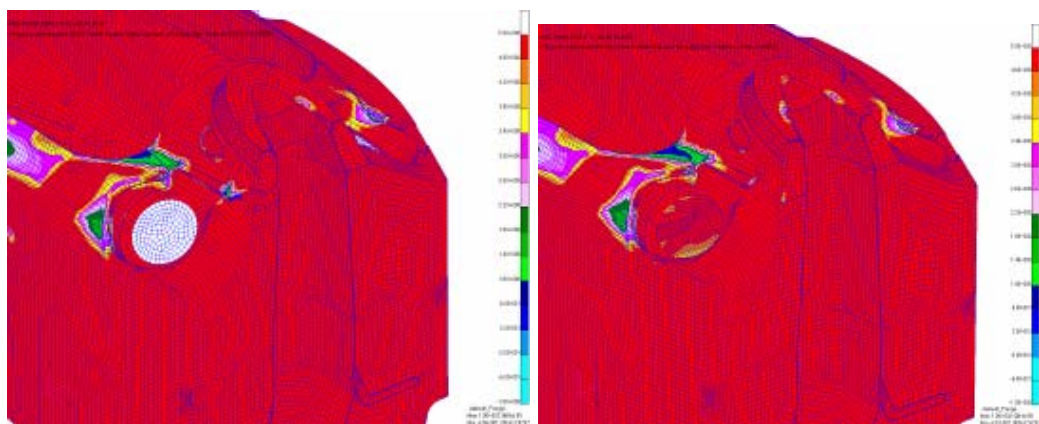


Figure 16. Stress analysis of damaged (left) and undamaged (right) chassis under FIA side impact test.

The **repair design** may be non-structural, semi or fully-structural depending on the stress requirement. Nevertheless it will generally be one or a combination of the four schemes described earlier. The detail design of the repair is driven by the engineering requirement to fulfil its intended purpose but must also consider other factors such as ease of manufacture, access and time available as the component will almost certainly be required back into service at the earliest opportunity.

Preparation of the parent structure is carried out using standard composite machining techniques to remove the damaged material. If a hole exists or is produced it must be fashioned into simple geometric shapes (circular holes or round edged rectangles) to reduce stress concentration and make the stress analysis more simple and accurate. The preparation then follows the same process as a conventional bonding operation (3) to ensure complete integrity of the final repair.

Manufacture of the repair patch is carried out using the same techniques as the parent component; where possible a pre-cured autoclave part made in a sub-mould to the original is preferred as this is easier to fit and

matches the mechanical performance of the parent.

Fitting of the repair must be operated to the same standards as a new component, using jigs wherever possible to ensure the patch fits correctly in accordance with the stress analysis and design. Surface preparation and curing of the adhesive are critical in ensuring the integrity of the repair.

Post repair NDT is used to verify that the operation has been a success. For major structural repairs this is likely to include a strength and stiffness mechanical proof check in addition to the standard NDT techniques. It may also include cyclic loading to simulate service operation (5) before the part is deemed fit for purpose.

Repair documentation is vital so that an equivalent operation may be used again under similar circumstances. Furthermore Honda F1 operate a total quality management (TQM) process fully “lifing” safety and performance critical components from raw material to obsolescence (6). This system demands full supportive documentation of all operations undergone by the parts covered to enable full engineering

management.

Condition monitoring of the repaired component is used to ensure its integrity over the whole of its design lifetime. Many of the repaired parts will already have a series of condition monitoring operations associated with them as part of the TQM process. The repair may be adequately covered by this operation but may, in certain cases, require an addendum to ensure that the repair remains intact.

5. PRACTICAL CONSIDERATIONS

It is preferable to consider repairs as components in their own right subject to existing procedures rather than have a standard repair manual. All of the repair schemes assume, and indeed rely upon, the technicians operating at the same skill levels for repairs as for parent structures. It is common practice for the most skilful operatives to be assigned major "Class A" repairs. A Class A component is safety critical such that its failure in any way would cause the driver to lose control of the car (7). Process control is critical in surface preparation of the damaged area, and manufacture, preparation and application of the patch. Whilst patches are designed wherever possible to mimic the properties of the parent structure, great care must be taken that the patch itself is symmetric about its own mid-plane to ensure it does not warp during cure which would reduce its load carrying capacity and may lead to premature failure.

Composite structures have a high degree of damage tolerance such that even some very elaborate repairs to seemingly highly damaged parts are in reality only semi-structural at best. As a consequence there has been a tendency in the past for poorly designed and executed repairs to appear to have been sound simply because they were not very highly loaded. Recent advances in composite technology have produced designs which are much more highly strained. Such structures cannot tolerate poor repair techniques. The analysis and design of repairs is unable to take the quality of the repair into account and only assumes that preparation, manufacture and fitting have been carried out correctly. It is critical therefore that the TQM documentation, post repair NDT and service condition monitoring are devised such that they guarantee this.

6. IMPLEMENTATION OF A MAJOR STRUCTURAL REPAIR

The following sequence of figures show the stages in the repair of major structural damage to a chassis following a serious accident. Figures 17 and 18 illustrate the damage to both skins and core of the sandwich structure caused by the impact which had penetrated the monocoque.



Figure 17. Extent of external damage (within the yellow line) as revealed by ultra-sound.

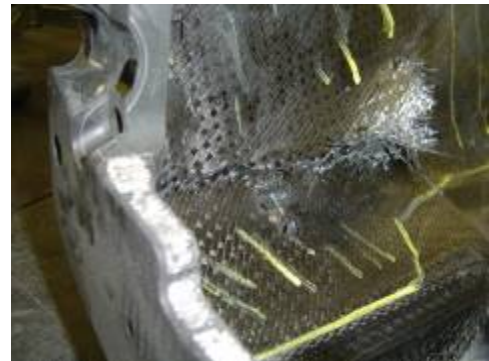


Figure 18. Extent of internal damage to chassis Lower.



Figure 19. First stage of repair, removal of damaged material.

The first stage of the repair was to remove the bottom half of the chassis beyond the suspension pick up points to an area free from damage and where there were no structural inserts (Figure 19). Figure 19 also illustrates the level of damage to the outer skin of the upper chassis (the inner skin was undamaged). Figure 20 shows the removal of the damaged area in the top of the chassis which was replaced with a pre-cured patch. The patch was 5mm oversized to allow for a scarfed joint.

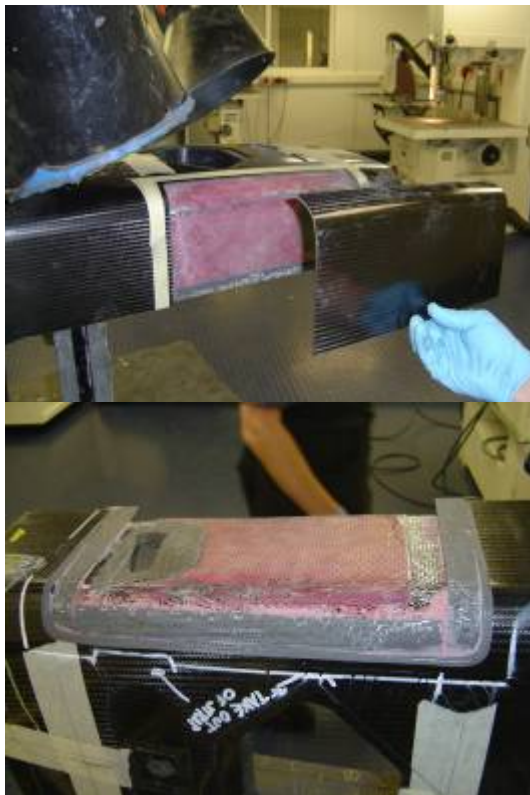


Figure 20. Repair of the upper section of the chassis using a scarfed patch.

Delaminated areas of core and inner skin were resin injected prior to bonding the patch. The final bonded repair of the chassis upper was achieved by carefully jiggging the patch in place prior to cure (Figure 21). The bond gap was maintained at optimum using 0.25mm shim wire (3).

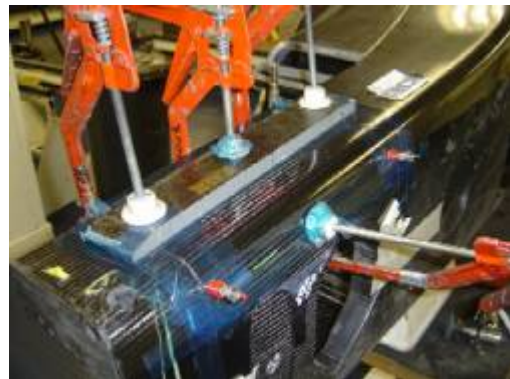


Figure 21. Repair panel jugged in place ready for adhesive cure.

The damage to the forward lower section was so severe that a complete new section was manufactured. This repair section (in reality a very complex patch!) was bonded in place using a scarf joint which was strengthened using a moulded composite strap (Figures 22 & 23).



Figure 22. One half of the reinforcing strap.



Figure 23. Test fitting the strap.



Figure 24. Completed repair following machining of suspension fittings etc.



Figure 25. Back in service!

The chassis repair section was jiggled in place using the same parts used in “normal” chassis assembly. All bonded joints were fitted with shim wire. The assembly was dry fitted in the jig then removed, bonded and cleaned up before being returned to the jig for curing. Curing was carried out slowly overnight at room temperature (to avoid any thermal expansion issues) followed by a two hour post cure at 66°C as recommended by the adhesive supplier. The finished repair (Figure 24) was fully NDT checked and found to have no defects. The chassis was then re-machined to restore all of its suspension pick ups etc before undergoing a series of tests within the R&D laboratory to verify its structural integrity. A further, post proof testing, NDT check again revealed no problems so the chassis was returned to service. Needless to say the repair was fully documented which was the source of many of the figures in this paper. As a footnote, the chassis repaired was Honda RA106 chassis #05. Following the repair this chassis went on to claim the team’s first ever victory at the 2006 Hungarian Grand Prix (Figure 25), proof beyond doubt of the quality of the repair.

7. CONCLUSION

Fibre reinforced composite materials have been used in primary structures in Formula 1 motor racing for almost three decades. During that time their application has been steadily expanded such that they are now the dominant materials used in chassis construction. The operational service of these parts is such that from time to time parts incur damage of varying severity which requires repair. It is possible to repair major damage to complex components in such a way that they may be restored or even augmented in structural integrity. Success of the repair techniques relies on the schemes employed being as simple as possible (very complex repairs are divided up into a series of simple operations) and that the repair process follows the same total quality management as the parent structure. It should be remembered however that composite structures are extremely damage tolerant. Many badly executed repair methodologies have, in the past, appeared adequate due to the relatively low service strains. The development of new materials is increasingly enabling the design of components which are more highly strained under load. It will become increasingly important that the quality of repair schemes evolve to accommodate this.

REFERENCES

- [1] Savage, GM., J. STA., 140, 18 (2000).
- [2] Savage, GM, proc “Carbon Fiber 2007” Washington DC (Dec. 2007).
- [3] Savage, GM., Engineering Failure Analysis, 14, 2, 321 (2007).
- [4] Hart-Smith, L.J., Douglas Aircraft Co. Report DP 7388 (1981).
- [5] Savage, GM. Proc. “Transfac 06” San-Sebastian, Spain (Oct 2006).
- [6] Savage, GM., Engineering Failure Analysis, 13, 2, 198 (2006).
- [7] Savage, GM., Proc. Race Tech 2006, Technical University Munich (Nov 2006).

ESTUDIO DE LAS CAUSAS DE LA ROTURA PREMATURA DE UN VENTILADOR EÓLICO

E. Silveira y A. M. Irisarri

^PINASMET – Tecnalia. Mikeletegi Pasealekua 2. 20009 SAN SEBASTIÁN
esilveir@inasmet.es

RESUMEN

Se han estudiado las causas de la rotura prematura de un ventilador eólico. Para ello se han analizado los dos trozos del ventilador roto así como uno nuevo, que no ha entrado en servicio, perteneciente a la misma partida. Se ha comprobado, mediante la observación de las probetas metalográficas extraídas del ventilador roto, que la rotura se ha producido a lo largo de la línea de fusión de unas uniones soldadas deficientes, sin penetración total, lo que ha conducido a que la sección resistente resulte inferior a la esperada. Esto, unido al efecto de entalla que provoca esta falta de fusión, ha acelerado el fallo. La realización de un ensayo de tracción de una probeta extraída del ventilador nuevo y de un análisis químico sobre un trozo del roto, permiten comprobar que ni la composición química, con un contenido sumamente bajo de carbono y ausencia de elementos que promuevan el calmado, ni la resistencia mecánica, claramente inferior a la esperada, son los adecuados ni acordes con los requerimientos exigidos.

ABSTRACT

The root causes of the premature failure of a wind mill have been investigated. The two broken parts of the failed wind mill and a new one, which has not entered in service, belonging to the same heat have been analysed. Metallographic observation of the metallographic samples obtained from the failed wind mill revealed that failure was produced along the fusion line of a defective weld joint without full penetration. This has led to a lower resistance than expected. Not only this lower resistant section, but the notch effect associated to this lack of fusion has also accelerated the failure. Tensile testing performed on specimens obtained from the wind mill that has not been in service and the chemical analysis of a piece of the broken one revealed that the steel used to manufacture the wind mill is not adequate and does not meet the imposed requirements. The strength is significantly lower than expected, the carbon content is too low and elements to promote killing are not incorporated. So the steel is in the rimming condition.

PALABRAS CLAVE: Fallo, soldadura deficiente, insuficiente resistencia mecánica.

1. INTRODUCCIÓN

Las soldaduras siempre han sido el gran caballo de batalla de las uniones entre elementos y el origen de numerosos fallos, hasta el punto de que los propios soldadores afirman que si se puede diseñar sin soldadura se haga así. Sin embargo, en muchas ocasiones esto no resulta factible en la práctica y la soldadura pasa a ser un mal inevitable. La primera recomendación de diseño de uniones soldadas *el soldar lo mínimo posible*, pone de manifiesto la gran cantidad de variables, incertidumbres y dificultades que supone el seleccionar, ejecutar y controlar una soldadura. Es por ello que los errores cometidos en el diseño de la junta o en la ejecución de la soldadura se traducen en unos puntos favorables para la aparición de grietas que conduzcan a un fallo prematuro del componente.

La soldadura tiene como objetivo asegurar una continuidad metalúrgica de los metales a unir.

La operación de soldadura se caracteriza, en general, por un calentamiento rápido hasta una temperatura en algunos casos por encima de la de fusión del material (en el caso de las soldaduras con fusión), y por una solidificación muy rápida como consecuencia del tamaño del baño fundido y de la rapidez de extracción de calor a través del metal base.

Hay diversas razones que llevan a considerar las uniones soldadas como elementos críticos en cualquier construcción o componente soldado entre ellas que, suelen estar situadas en zonas fuertemente solicitadas, generalmente condicionan el comportamiento de la estructura, pueden provocar alteraciones metalúrgicas en el material e introducir tensiones y deformaciones, etc. La experiencia viene confirmando que un porcentaje importante de fallos estructurales se produce, o tiene origen, en las zonas de unión.

El presente trabajo analiza el fallo prematuro de un ventilador eólico que, como se comenta más adelante, tiene como origen una mala ejecución de las soldaduras. Más en concreto, la razón del fallo parece hallarse, entre otros factores que han acelerado éste, en una mala selección de los parámetros de soldadura lo que ha provocado una falta de penetración total, necesaria para el tipo de solicitaciones a las que se halla sometido en servicio el ventilador.

2. METODOLOGÍA DE TRABAJO

2.1. Historial de la pieza

En primer lugar se recabó información acerca del historial previo del ventilador roto. Como generalmente sucede en el análisis de fallos, la información que se dispone sobre el fallo del componente es casi nula, ya que se limita simplemente al hecho de que ha sufrido una rotura catastrófica. En este caso, sí se tiene trazabilidad del componente hecho que ha permitido disponer de un componente similar al que ha fallado, de la misma partida y que no ha entrado en servicio, lo que facilita conocer la geometría original del ventilador. La figura 1 ofrece una vista general de este ventilador.



Figura 1. Vista general del ventilador eólico de la misma partida que no ha entrado en servicio.

Junto con él se han entregado dos partes del que ha fallado en servicio (figuras 2 y 3). La única información adicional que se suministró se limita al requerimiento de que el material ha de cumplir las exigencias establecidas en la norma EN10025 para la calidad St44.2 (actual S275 J0) o en el peor de los casos a una calidad St37 (actual S235 J0). Ambos materiales clasificados como aceros de construcción. A modo de observación destacar que las especificaciones impuestas no se pueden calificar como excesivamente exigentes.



Figura 2. Vista de uno de los trozos del ventilador roto



Figura 3. Vista del otro trozo del ventilador roto

2.2 Examen visual

La observación visual de la pieza dañada evidencia que el fallo ha ocurrido en una zona donde se han realizado varios cordones de soldadura, con lo que ello puede suponer para la aparición de zonas duras y frágiles o una alta concentración de tensiones. Se puede observar una fuerte deformación de las diferentes partes que lleva a pensar en la existencia de choques e impactos importantes en el proceso de rotura o, más probablemente, con posterioridad a ésta.

A partir de estas observaciones se toma una muestra de la superficie de fractura y otra de la zona soldada del ventilador que no ha fallado para su posterior estudio metalográfico. A parte y de forma paralela se extraen probetas de tracción y análisis químico para la comprobación de la calidad del material.

2.3 Estudio metalográfico

El estudio ha consistido en el examen de las probetas metalográficas mediante microscopía óptica. A modo de recordatorio se señala que una de ellas ha sido extraída de la superficie de fractura de la pieza dañada en tanto que la otra

de una sección transversal a la soldadura del ventilador que no ha entrado en servicio.

La observación sin ataque metalográfico del cordón de soldadura del ventilador que no ha trabajado, revela una falta de unión entre las piezas que lo constituyen, tal y como se puede constatar en la micrografía de la figura 4.

Se puede comprobar que la mala ejecución de la soldadura deja una sección resistente en la zona de la unión notablemente inferior a la del metal base y, por tanto, esta zona será un punto propicio para el origen de fallos.

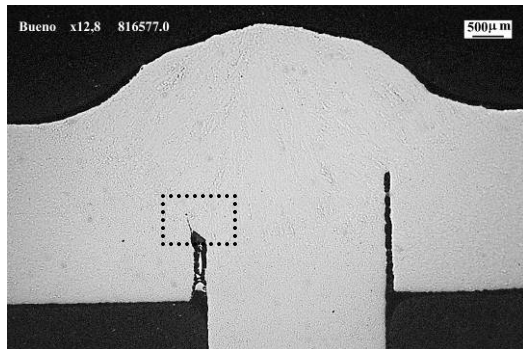


Figura 4. Vista transversal de la junta soldada mostrando la deficiente unión.

La figura 5 muestra el detalle del final de la zona de unión, marcada en la figura 4. Como se puede comprobar, a parte de que la zona tenga una sección menor, presenta concentradores de tensiones importantes que convierten a la zona en propicia para el fallo prematuro.

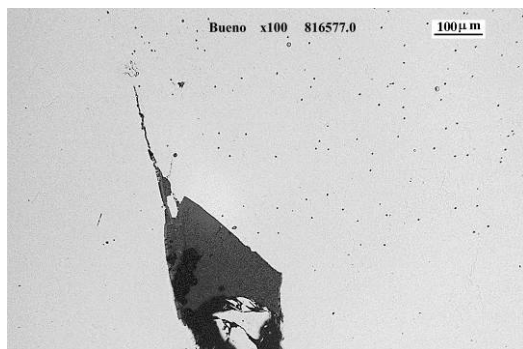


Figura 5. Detalle de la zona marcada

Una vez atacada la muestra con el reactivo metalográfico adecuado se comprueba que el metal depositado no ha sido capaz de lograr una unión completa. Un porcentaje apreciable de la sección de las chapas no se halla unido con lo que la sección resistente disminuye (además del efecto de concentración de tensiones causado por las entallas que ello ha provocado).

El efecto de entalla causado por las ranuras y faltas de fusión existentes entre las chapas que han sido mal soldadas facilita la aparición de grietas (como la que se puede observar en la figura 5) llegando éstas a alcanzar la línea de fusión (frontera entre el metal depositado y la zona afectada térmicamente) tal y como se puede observar en la figura 6.

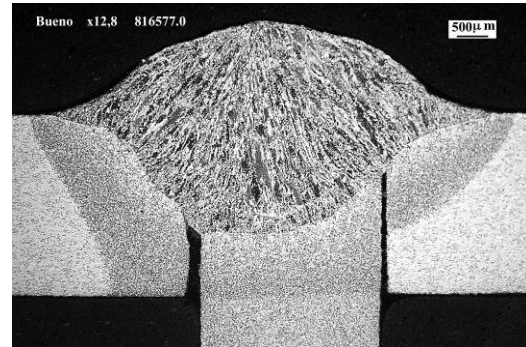


Figura 6. Misma zona que la figura 4 una vez atacada con el reactivo metalográfico

La propagación de la grieta se produce a lo largo de la línea de fusión (figura 7) donde la mayor dureza del metal depositado se traduce en una menor tenacidad (esta mayor dureza es un dato que se podrá comprobar más adelante en este trabajo). Es sobradamente conocido que una mayor dureza del acero retarda la formación de grietas pero una vez que éstas se hallan nucleadas facilita su propagación.

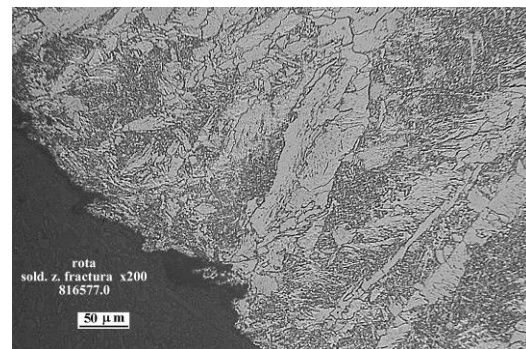


Figura 7. Propagación de la grieta a lo largo de la línea de fusión

Para comprobar la validez de este comentario, la figura 8 muestra una micrografía obtenida en esta misma zona en la pieza intacta permitiendo constatar la total similitud en la microestructura de una y otra.

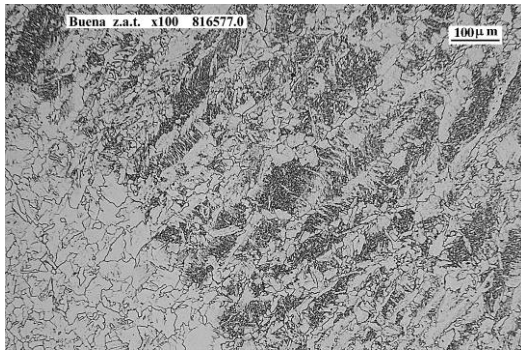


Figura 8. Microestructura de la junta soldada del ventilador que no ha entrado en servicio.

La siguiente micrografía (figura 9) exhibe en parte la microestructura que posee el acero base. Se puede observar (parte derecha) que se halla constituida por granos de ferrita, ligeramente alargados en la dirección de laminación. Esta microestructura es característica de las chapas laminadas en caliente que no han sufrido ningún tratamiento posterior. Sin embargo, lo que es más importante de esta observación, es la seria sospecha de que el acero posee un contenido de carbono mínimo y difícilmente alcanzará los niveles de resistencia exigidos.

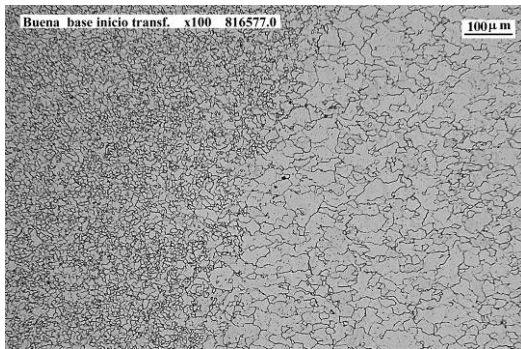


Figura 9. Microestructura del acero base

La temperatura aplicada durante el proceso de soldadura, y la microestructura deformada del acero base, son suficientes para provocar la recrystalización de estos granos alargados. Ello da origen a otros, de tamaño notablemente más pequeño, y morfología equiaxial que aparecen en el lado izquierdo de la figura 9.

2.4. Ensayo de tracción

Como se ha señalado en la introducción no existen unas especificaciones claras en cuanto a la calidad del acero que se debe emplear en la fabricación del ventilador, ya que aunque se señala que éste debe ser del tipo St 44.2 también se admite la posibilidad de emplear uno del tipo St 37. No obstante, la simple observación de la microestructura del acero base lleva a sospechar

que con un contenido en carbono tan bajo éste difícilmente será capaz de satisfacer los valores exigidos para cualquiera de estas dos calidades.

A la vista de ello, y con objeto de comprobar si la resistencia mecánica era efectivamente baja, se optó por mecanizar una probeta de tracción del ventilador que no había entrado en servicio, y ensayarla a temperatura ambiente siguiendo las indicaciones de la norma EN 10002-1. Se debe recalcar que no fue posible la extracción de una probeta de una zona del ventilador roto que no estuviera fuertemente deformada por lo que los resultados que se obtengan en el ensayo no corresponden exactamente al mismo. Sin embargo, considerando que el ventilador del cual se obtuvo la probeta pertenece a la misma partida parece lógico aventurar que no habrá grandes diferencias de valores entre éste y el roto.

En la tabla 1 se muestran los valores del límite elástico, resistencia a tracción y alargamiento obtenidos en este ensayo de tracción, así como los exigidos para las calidades St44-2 y St37 en la norma EN 10025 al objeto de comprobar si el material de los ventiladores cumple dichos requisitos.

Material	Límite elástico (MPa)	Resistencia a tracción (MPa)	Alarg. (%)
St 44.2	>275	430-580	>22
St37	>235	360-510	>26
Muestra ventilador	242	328	41.2

Tabla 1. Características mecánicas obtenidos en el ensayo de tracción, comparadas con las exigidas en la norma para las dos calidades.

Se puede comprobar fácilmente que el material del ventilador no cumple con los requerimientos de ninguno de los dos materiales que hubieran podido ser utilizados en su construcción. Pese a que los valores de límite elástico y alargamiento a la rotura superan los mínimos exigidos para la calidad St37, el valor de resistencia a tracción es ostensiblemente inferior al mínimo exigido. Por tanto, se puede afirmar que se trata de un acero con una resistencia mecánica claramente menor que la especificada, incluso admitiendo que el acero pertenezca a la menos resistente.

2.5. Composición química

El siguiente paso dado en el estudio consistió en la realización de un análisis químico del acero empleado para la fabricación del ventilador. En este caso, la muestra a analizar se obtuvo del

ventilador roto por lo que los resultados obtenidos corresponden exactamente al mismo. El resultado obtenido se resume en la tabla 2, comparándolo con los requerimientos de la norma EN 10025 para los aceros de calidad St44.2 y St 37.

	C	Si	P	Si
St-37	≤ 0.17	≤ 0.3	≤ 0.045	≤ 0.045
St44.2	≤ 0.21	-	≤ 0.045	≤ 0.045
Vent.	0.036	≤ 0.02	0.014	0.018

Tabla 2. Composición química del ventilador roto, comparada con los requerimientos de la norma EN 10025.

Se puede observar que el material del ventilador cumple con lo establecido por la norma para las dos posibles calidades. No obstante, se debe recalcar que la norma sólo establece exigencias de contenido máximo de carbono, no imponiendo un mínimo para este elemento. Resulta fácil comprender que el prácticamente nulo contenido en carbono, pese a satisfacer las exigencias no es adecuado, ya que, como sucede, no otorgará al acero la resistencia necesaria. Este resultado concuerda tanto con el valor de resistencia mecánica como con la microestructura totalmente ferrítica que posee el acero, más propia de un hierro puro que de un acero de construcción.

Otro aspecto a ser tenido en cuenta a la hora de valorar la calidad del acero es la prácticamente total ausencia de silicio en su composición. A la vista de ello parece lógico calificar al acero empleado como efervescente, no habiendo sido calmado en su proceso de producción, lo que supone una menor calidad. Al objeto de comprobar si esta hipótesis resulta cierta se efectuó un análisis del contenido de aluminio, ya que este elemento es utilizado en algunas ocasiones como alternativa al silicio en el calmado del acero. La ausencia de aluminio, o de cualquier otro elemento capaz de efectuar esta labor en la composición del acero conduce a calificar a éste como efervescente, valorando su calidad como pobre pues este tipo de aceros no se admite en la fabricación de componentes de responsabilidad por las peores prestaciones que suelen ofrecer.

2.6. Ensayo de microdurezas

Como punto final del estudio, se han efectuado medidas de microdurezas (Vickers con 10Kg de carga, HV10) en diversos puntos de una sección transversal a la unión soldada del ventilador que no ha entrado en servicio, en las posiciones que se esquematizan en la figura 10.

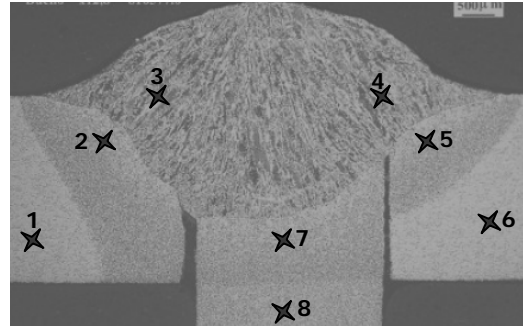


Figura 10. Puntos de la junta soldada donde se realizaron las medidas de dureza

La tabla 3 muestra el valor de dureza obtenido en cada uno de los puntos

Microdurezas valores HV10							
1	2	3	4	5	6	7	8
94	109	167	166	107	94	117	102

Tabla 3. Medidas de durezas HV10.

Los pobres valores obtenidos en los puntos 1 y 6 confirman la mínima resistencia mecánica que posee el acero utilizado para la elaboración del ventilador. La pieza situada en posición vertical y cuya medida de dureza corresponde al número 8, parece presentar una resistencia ligeramente más alta, aunque no significativamente diferente de las que presentan las dos horizontales, y aún muy baja. Sin embargo, los valores medidos en la zona afectada térmicamente, (puntos 2, 5 y 8) resultan apreciablemente más altos, debido al tratamiento térmico indirecto que ha sufrido esta zona del material por el calor producido durante el proceso de soldadura y enfriamiento posterior. Por último, las medidas realizadas en los puntos 3 y 4 revelan que el material de aporte posee una resistencia notablemente superior a la de los aceros base.

Pese a esta mayor resistencia del material de aporte, el hecho de que éste no logre cubrir la totalidad de la teórica junta y la existencia de una acusada entalla promueve que el fallo se propague a lo largo de la denominada línea de fusión, ya que una vez generada la grieta su mayor o menor velocidad de propagación ya no es función de la resistencia mecánica del material sino de su tenacidad.

3. CONCLUSIONES

La realización del estudio revela que el fallo prematuro del ventilador se debe a la suma de una serie de factores negativos que se señalan a continuación como conclusiones del mismo.

- a. Las especificaciones impuestas a los materiales a utilizar en la fabricación del ventilador resultan ambiguas, no estableciendo unos requisitos claros de la resistencia mecánica que deben poseer.
- b. El examen visual de los dos trozos del ventilador roto revela que el fallo se ha producido en la zona donde existen varios cordones soldados que, por tanto, parecen haber jugado un papel fundamental en la rotura.
- c. La observación en el microscopio óptico de una sección transversal a la junta soldada de un ventilador de la misma partida que no ha entrado en servicio, pone de manifiesto que la unión entre las distintas piezas que la componen no es completa restando una parte sin unir. Ello provoca no sólo una disminución de la sección resistente sino un efecto de entalla con la consiguiente concentración de tensiones.
- d. El ensayo de tracción a temperatura ambiente, de una probeta extraída del ventilador que no ha entrado en servicio, conduce a la obtención de un valor de resistencia sumamente pobre. Hallándose ésta incluso por debajo del nivel mínimo admitido en la norma para la calidad menos resistente (St37) que aparece señalada en las especificaciones de fabricación del ventilador como uno de los posibles aceros a emplear.
- e. La realización del análisis químico de una muestra del ventilador roto pone de manifiesto que el material utilizado corresponde a un acero del tipo efervescente, que habitualmente presentan peores prestaciones que los aceros calmados por lo que no se permite su empleo en la producción de piezas de responsabilidad.
- f. El contenido en carbono sumamente bajo de este acero y la práctica total ausencia de elementos de aleación en su composición supone que ésta sea más propia de un hierro puro que de un acero de construcción.
- g. La medida de durezas confirma la pobre resistencia mecánica de las chapas de acero empleadas en la construcción del ventilador. Aunque la resistencia del metal fundido es ligeramente superior al la del metal base, la grieta ya se halla generada cuando llega material de aporte (falta de penetración y efecto de entalla) y su propagación resulta función más de la tenacidad que de la resistencia mecánica.
- h. La observación de la microestructura del acero, totalmente ferrítica, se halla en total consonancia con los resultados registrados en el análisis químico, el ensayo de tracción y la medida de durezas. La morfología ligeramente alargada de los granos de ferrita apunta a que el acero se ha conformado por laminación en caliente sin haberse aplicado ningún tratamiento térmico posterior salvo el asociado con el ciclo térmico del proceso de soldadura.
- i. Se recomienda la preparación de una especificación de materiales más precisa, que elimine ambigüedades, y un control de calidad tanto de los distintos materiales a utilizar como del proceso de fabricación mucho más estricto para evitar la aparición de errores y defectos como los que se han detectado en el presente estudio.

FRACTURA FRÁGIL DE UN GANCHO DE GRUA

Y. Torres, J. M. Gallardo y J. Domínguez

Escuela Técnica Superior de Ingenieros de Sevilla, Departamento de Ingeniería Mecánica y de los Materiales
Avda. Camino de los Descubrimientos, s/n, 41092, Sevilla.

E-mail: ytorres@us.es

Tfno: 95 448 73 04

RESUMEN

El objetivo de este trabajo es discernir las causas que originaron la fractura en servicio de un gancho de una grúa. En el estudio de este accidente se incluye: 1) el resumen y análisis de las particularidades inherentes a las normas UNE-EN que rigen la fabricación y el uso de este tipo de dispositivo, 2) el análisis metalográfico, químico, y fractográfico, así como 3) el comportamiento mecánico en términos de perfil de durezas *Vickers* en la sección transversal e intradós, resistencia mecánica a la tracción, y energía de fractura. La inspección visual y microestructural revelan la presencia de un cordón de soldadura situado en la superficie y de una grieta que crece desde esa zona hacia el interior del material, respectivamente. El análisis de la superficie de fractura indica la presencia marcada de rasgos característicos de una rotura frágil (clivaje y fractura transgranular). El acero no aleado y de bajo contenido en carbono presenta un contenido relativamente bajo de aluminio ($< 0,025\%$) y elevado de nitrógeno no combinado ($> 0,0075\%$). Los resultados permiten señalar al envejecimiento por deformación (atmósfera de *Cottrell*) como la causa de la fragilidad del material, ocurriendo la fractura a partir de una grieta generada en la zona afectada por el proceso de soldadura al que fue sometido el gancho.

ABSTRACT

The scope of this work is analyzing the causes of an accident. Fracture surface examination (visual, optical and electronic examination), metallographic and chemical analysis and mechanical properties determinations (microhardness, strength-strain, and fracture energy) were carried out. Chemical analysis of the steel showed that aluminium content was low ($< 0.025\%$) but nitrogen high enough ($> 0.0075\%$) as for strain-age embrittlement to occur. The combination of strain-age embrittlement and a welding defect (cracks) has been the primary cause of the brittle fracture.

PALABRAS CLAVE: Envejecimiento por deformación, gancho, fractura frágil.

1. INTRODUCCIÓN

En materia de política social, el artículo 118 A del tratado CEE estableció que los estados miembros procurarán promover la mejora del medio de trabajo para proteger la seguridad y la salud de los trabajadores. Disímiles son las leyes, normas, y técnicas encaminadas a prevenir los riesgos laborales, garantizando la seguridad e higiene del trabajo [1,2]. Particularmente, las normas UNE 58-509-79 (1979) [3], UNE-EN 1677-1 (2001) [4] y UNE-EN 1677-5 (2002) [5] recogen y describen los términos y requisitos a considerar en el diseño, fabricación, uso, y control de los ganchos de elevación. Su cumplimiento evitará la caída de la carga durante servicio, debido al fallo de éste (abertura significativa o rotura catastrófica), y el riesgo al que están expuestas las personas situadas en la zona de peligro. En este marco de ideas, el objetivo de este trabajo es discernir las causas que originaron la fractura en servicio de un gancho de elevación, lo que devino en la muerte en accidente laboral de un trabajador.

2. PARTICULARIDADES DE LAS NORMAS QUE RIGEN LA FABRICACIÓN Y EL USO DE GANCHOS DE ELVACIÓN

El acero debe fabricarse mediante un procedimiento eléctrico o mediante un proceso de afinado mediante oxígeno. Estar completamente calmado, y tener un tamaño de grano austenítico de 5 o más fino (según la norma UNE-EN-ISO 643:2004 [6]). Su composición química debe contener al menos un $0,025\%$ de Al y el de nitrógeno no superar el $0,0075\%$ ¹. El contenido de S y P no debe superar el $0,03\%$.

El gancho debe ser forjado o estampado en caliente, generalmente en una sola pieza. Se deben eliminar cualquier tipo de rebaba, aristas vivas, defectos superficiales perjudiciales incluidas las posibles grietas

¹ Los aceros con un contenido bajo en aluminio ($< 0,025\%$) y elevado de nitrógeno ($> 0,0075\%$), y que además han experimentado, bajo condiciones de servicio, una deformación plástica o permanente, son susceptibles a fragilizarse al calentarlos a temperaturas bajas ($\sim 100-300\text{ }^{\circ}\text{C}$).

(obtener una superficie lisa). Además, deben controlarse las cotas iniciales e incluso durante la vida en servicio del mismo. En caso de necesitar mecanizado, hay que evitar los concentradores de tensiones (radios de acuerdo pequeños) ya que éstos son sitios críticos de inicio de la fractura. No se deben realizar labores de soldeo durante la fabricación de los ganchos, a menos que se asegure que tanto la zona donde se realiza la soldadura como la afectada por la temperatura no se encuentre sometida a carga, así como el acabado debe ser suave (redondeado).

Los ganchos de elevación deben ser sometidos a los siguientes tratamientos térmicos: **1)** templado (por encima de AC_3) y revenido al menos a $475\text{ }^{\circ}\text{C}$ durante una hora, **2)** normalizado (por encima de AC_3). No se autoriza que se realice ningún temple superficial en las partes de los accesorios que soportan la fuerza. Después del tratamiento térmico se debe eliminar la calamina.

3. PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL, RESULTADOS Y DISCUSIÓN

3.1. Observación visual y macroscópica, evaluación de cotas

El examen inicial del gancho (figuras 1 y 2), revela la presencia de daño superficial generalizado: rebabas, golpes, restos de óxido y la presencia de un cordón de soldadura en uno de los bordes.



Figura 1. Imagen de la parte del gancho fracturada. Se incluye una escala graduada en cm.

Precisamente, el origen de la fractura (zona brillante en la figura 2b) se sitúa en la superficie original del gancho, adyacente al cordón de soldadura, según se deduce de la presencia de marcas de propagación emanando de dicho origen. También se aprecian restos de salpicaduras del material fundido en el proceso de soldadura al que fue sometido el gancho de elevación (figura 2c).

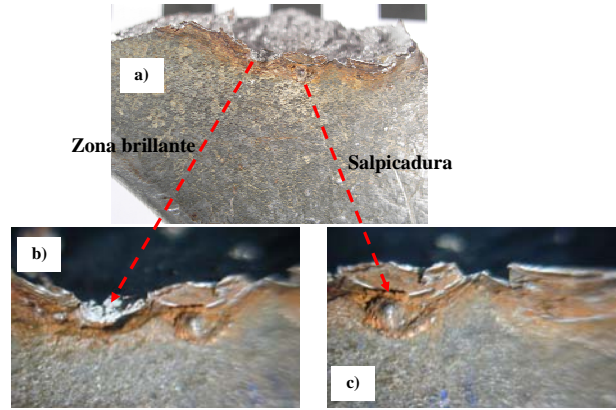


Figura 2. Detalles de la superficie y de los restos del cordón de soldadura.

Las dimensiones medidas del gancho y la estimación de su peso se han comparado con los teóricos (norma DIN 15401), permitiendo indicar que en el gancho siniestrado, las cotas no cumplen con las tolerancias permitidas en la norma: **1)** se ha producido un importante desgaste provocado por el roce con los medios de elevación como eslingas u otros, y **2)** se ha generado una deformación plástica por efecto de la elevación de cargas superiores a las que están permitidas suspender del gancho en condiciones de trabajo ordinario. En la figura 1 se observa cómo el círculo teórico de trazos rojos se transforma en una elipse representada en este caso con trazos de color azul.

3.2. Análisis químico de la composición

El análisis químico del acero se llevó a cabo con técnicas complementarias: espectrofotometría de emisión visible, y analizador de gases Leco, particularmente, para el contenido de N. En la tabla 1 se presenta la composición del acero con que fue elaborado el gancho y se señalan los elementos más indicativos de este acero o los que dan alguna información de las posibles causas de la rotura del gancho.

Tabla 1. Composición del acero empleado en la fabricación del gancho de elevación.

Elementos	C	Mn	Si	S	P	Cr	Ni
Composición (%)	0,18	0,76	0,16	0,03	0,01	0,16	0,12
	Mo	Al	Cu	Sn	N	Fe	
	0,02	0,017	0,21	0,04	0,011	98,2	

Los resultados del análisis, como se esperaba, indican que es un acero no aleado y de bajo contenido en carbono, calmado al aluminio. El contenido de S se encuentra en el límite marcado por norma, el 0,03 %. Sin embargo, lo más representativo e importante es el hecho que tanto el contenido de aluminio como de nitrógeno no cumplen con los valores requeridos en la norma (mínimo un 0,025 % y máximo un 0,0075 %, respectivamente), aspectos que indican que el acero era un claro candidato a fragilizarse debido al

envejecimiento por la deformación a la que ha sido sometido el gancho de elevación durante su vida en servicio (ver figura 1). En el estado actual del gancho, se puede indicar que no presenta calamina (óxido de hierro), no está galvanizado (no hay presencia de zinc), ni está protegido con pintura.

3.3. Análisis metalográfico

El análisis metalográfico se realizó sobre una sección mecanizada en un plano perpendicular tanto a la superficie de fractura del gancho como a la superficie original de éste y el corte se realizó justo en el límite del defecto con apariencia brillante y que como se ha citado anteriormente en el apartado 3.1 ha sido el origen de la fractura catastrófica de dicho elemento de elevación. En la figura 3 se muestra una imagen de dicha sección en la que se aprecia la presencia de grietas que parten desde la superficie del gancho y que crecen hacia el interior del mismo. Debe remarcarse que la morfología de las grietas (bordeando y/o bifurcando entre los granos del material), es típica de las grietas originadas durante la solidificación (agrietamiento por licuación).

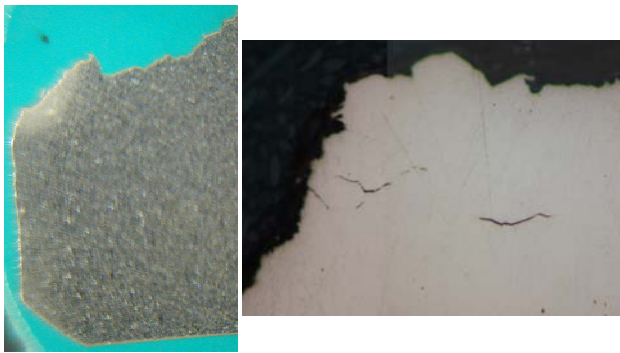


Figura 3. Micrografía de la sección perpendicular a la superficie de fractura y en el límite del origen de la fractura.

Finalmente, se atacó químicamente (Nital al 5 %) la superficie de la muestra (figura 4). Particularmente, en la figura 4c se aprecia la estructura de ferrita más perlita típica de un acero bajo en carbono con un tratamiento de normalizado. El tamaño de grano es de 6, según UNE-EN-ISO 643:2004. Más cerca del origen de la rotura, la estructura varía (figura 4a), apreciándose a mayores aumentos una estructura globulizada y, coincidiendo con la zona agrietada, una estructura de grano afinado, típica de la zona afectada por el calor (ZAC) de una soldadura en este tipo de aceros (figura 4b) y en la que se ha superado los 800 °C. Debe precisarse que dicha zona de grano fino se encuentra limitando con la superficie de fractura del gancho y que en ella el tamaño de grano disminuye a un valor de 8 por efecto del ciclo térmico de la soldadura. A medida que nos acerquemos al cordón de soldadura (presente en la contraparte del gancho fracturado, pero que no ha sido suministrada), es decir, zonas en las que se alcanzaron temperaturas mayores, irán apareciendo otras estructuras características de la ZAC de este tipo

de aceros. Esto permite indicar que la rotura no se ha iniciado en un defecto situado en la intercara entre el metal fundido y el metal base, sino en la ZAC que haya alcanzado una temperatura comprendida entre unos 850 y 1000°C. En esta parte de la ZAC los defectos típicos son agrietamientos por: 1) temple o hidrógeno, y 2) licuación. El agrietamiento por temple vendría acompañado de la aparición de una estructura típica martensítica y que no se observa en la muestra². Sin estructuras martensíticas de elevada dureza, el hidrógeno es generalmente inocuo. Por su parte, la susceptibilidad al agrietamiento por licuación puede calcularse relacionando el contenido de carbono, azufre y manganeso del acero. Para una relación manganeso/azufre de 25 el contenido máximo de carbono para evitar el agrietamientos es del 0,15 %. Se postula en consecuencia, que la grieta de la que partió la rotura del gancho era de las llamadas de “licuación”.

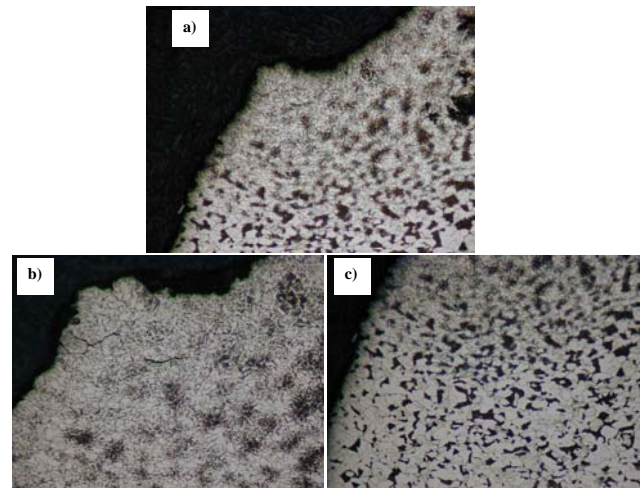


Figura 4. Microestructura de la sección perpendicular a la superficie de fractura y en el límite del origen de la rotura.

3.4. Propiedades mecánicas

En este trabajo el comportamiento mecánico se evalúa en términos de: 1) perfil de durezas Vickers (en la sección transversal y longitudinal del gancho), 2) resistencia mecánica a la tracción, y 3) energía de fractura.

3.4.1. Perfil de dureza Vickers

Se midió la dureza Vickers con una carga de 49 N. El primer estudio consistió en realizar una serie de medidas de dureza en toda la sección transversal del gancho y para dos distancias diferentes con respecto a la superficie del intradós del gancho (1 y 6 mm, aproximadamente). Los resultados obtenidos, arrojan una dureza de 220 ± 13 y 212 ± 11 , para 1 y 6 mm,

² Teniendo en cuenta el contenido de carbono relativamente bajo, la ausencia de elementos de aleación y la cantidad de calor aportada a la soldadura (a la vista de la longitud del cordón que se observa en la figura 2a), es asumible que no se haya producido dicho temple en el enfriamiento posterior a la soldadura.

respectivamente, indicando un ligero endurecimiento del material en todo el borde del gancho.

Por su parte, el segundo estudio consistió en medir la dureza en la dirección perpendicular a la superficie de fractura (dirección de las grietas de licuación). Los resultados obtenidos, indican una dureza en la zona interior del gancho de 191 ± 13 (ferrita más perlita), y en la ZAC de 259 ± 5 , (globulizada y con un tamaño de grano menor e igual a 8), indicando en este caso, un endurecimiento del material en la zona afectada térmicamente durante el proceso de soldadura al que se sometió el gancho de elevación.

3.4.2. Resistencia mecánica

La resistencia mecánica se evaluó en términos de resistencia a la tracción (norma UNE-EN-10002-1 [7]). El ensayo se realizó, en una máquina electromecánica Instron, en control de carga y a una velocidad de aplicación de la misma de 400 N/s hasta la rotura. Se empleó una probeta cilíndrica de 6 mm de diámetro aproximadamente (mecanizada a partir del gancho) y se define el límite de fluencia para un alargamiento del 0,2 %. En la figura 5 se muestra la gráfica correspondiente al ensayo de tracción, añadiéndose los valores de la tensión, y el alargamiento cuando se alcanza la rotura del material, así como la imagen de la muestra ensayada. La reducción de área fue de 57,6 %. Los resultados obtenidos corresponden al comportamiento esfuerzo-deformación típico de un acero de bajo contenido en carbono, arrojando valores apropiados y coherentes para límite de fluencia, la resistencia a la rotura y la ductilidad.

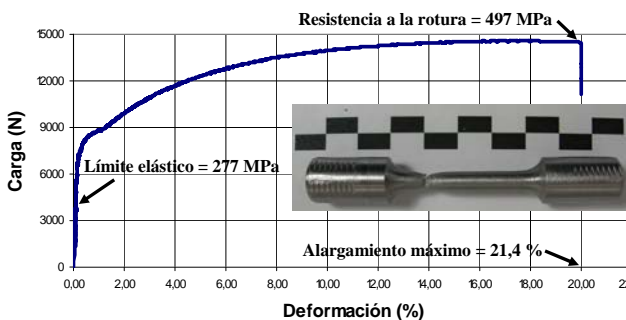


Figura 5. Comportamiento esfuerzo-deformación del acero investigado.

3.4.3. Tenacidad de fractura

La determinación del factor de intensidad de tensiones crítico bajo condiciones de deformación plana (tenacidad de fractura, K_{Ic}) se evaluó con una probeta compacta de tracción (Compact Tension, CT), aplicando la norma ASTM E-399 [8]. Una vez mecanizada la muestra se introdujo en la punta de la entalla una grieta, aguda y pasante, aplicando esfuerzos cíclicos (20000 ciclos) en una máquina de ensayos servohidráulica Instron. Finalmente, una vez prefisurada la muestra, se somete a tracción hasta la rotura con una velocidad de aplicación de la carga de 4000 N/s,

registrándose *insitu* la variación de la carga en función de la abertura de la grieta (medida en la boca de la entalla, COD) mediante un extensómetro. En la figura 6 se muestra la relación P-COD para el acero investigado y se añade la imagen de la probeta ensayada. El ensayo realizado no se encuentra bajo condiciones de deformación plana ya que el tamaño de la probeta era insuficiente y el frente de la grieta no es plano. Además, la relación entre P_{max}/P_Q es mayor que 1,1 y por tanto, no tiene sentido calcular la tenacidad de fractura a partir del valor de P_Q , ya que como se observa la fractura ocurre a valores de P_{max} muy superiores. En estos casos, materiales con un comportamiento elastoplástico, se recomienda evaluar la energía disponible para la fractura, J , como el producto entre el CTOD (área bajo la curva P-COD), el límite elástico y una constante que depende del estado tensional en la punta de la grieta. La deformación plástica alrededor de la grieta y la forma de la curva P-COD indica que el material, al igual como ocurrió en el ensayo de tracción, experimenta un comportamiento dúctil característico de aceros no aleados de bajo contenido en carbono.

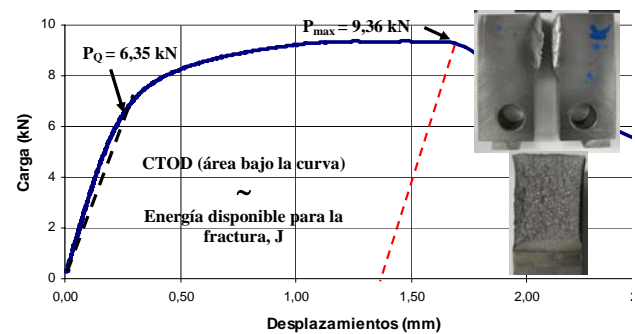


Figura 6. Curva P-COD para el acero investigado.

3.5. Análisis fractográfico

El análisis detallado de la superficie de fractura del gancho se realizó mediante microscopía electrónica de barrido (MEB). Dicho estudio permite evaluar y discernir con mayor precisión el origen, tamaño y morfología del defecto que causó la rotura, así como los rasgos característicos del tipo de fractura que experimentó el gancho bajo las condiciones de servicio (impacto, carga o sobrecarga) e historia (defectos superficiales, calentamientos locales inherentes a la soldadura y/o acumulación de deformación). En la figura 7 se presentan imágenes de la superficie de fractura del gancho, observándose rasgos característicos e inequívocos de que ha ocurrido una fractura frágil (presencia de clivaje, fractura transgranular y grietas secundarias).

A diferencia del comportamiento frágil del acero en la gran parte de la sección de rotura, en la figura 8 se muestra la micrografía correspondiente a la superficie de fractura de la ZAC. En toda esta zona se observa una rotura con rasgos claros de fractura dúctil como son la presencia de microcavidades u hoyuelos. Esta observación concuerda con el hecho de que el acero en

esa zona globalizada es más duro y tenaz (tiene un tamaño de grano menor). En el seno de esta zona, las grietas de licuación originadas durante el proceso de soldadura (figura 4b), crecen establemente al ser sometido el gancho a los esfuerzos mecánicos inherentes a las condiciones de servicio (elevación de cargas).

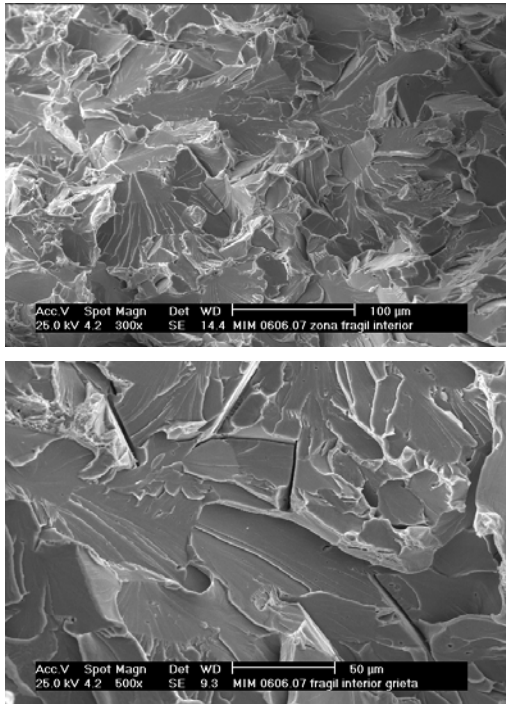


Figura 7. Fractura frágil: presencia de clivaje, fractura transgranular y grietas secundarias.

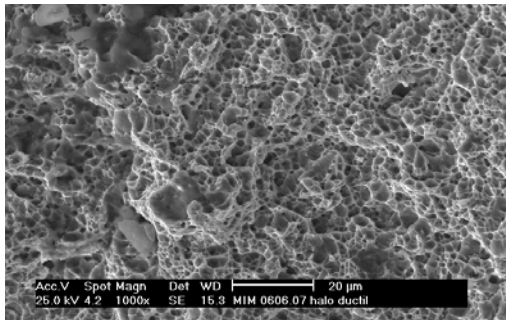


Figura 8. Presencia de fractura dúctil (presencia de microcavidades u hoyuelos) en la zona afectada por el calor.

En la figura 9 se muestra la superficie de fractura correspondiente al ensayo de tenacidad de fractura (probeta CT). En la misma se aprecia, a partir del frente de entalla, una primera zona asociada al proceso de prefisuración bajo cargas cíclicas (presencia de estrías de fatiga). A continuación, sería de esperar un crecimiento subcrítico de la grieta hasta alcanzar la condición crítica, además de la presencia en toda la fractura de microcavidades. Sin embargo, en dicha imagen se aprecia que dicho crecimiento estable ocurrió formando marcados e intercalados escalones, unos de

apariencia más rugosa y con rasgos de fractura dúctil (hoyuelos) y otros de aspecto brillante y presencia de clivaje y rotura transgranular (fractura frágil). Con ayuda del análisis de imágenes, se contabilizaron las correspondientes fracciones de área, resultando en un 47% y 53% de frágil y dúctil, respectivamente.

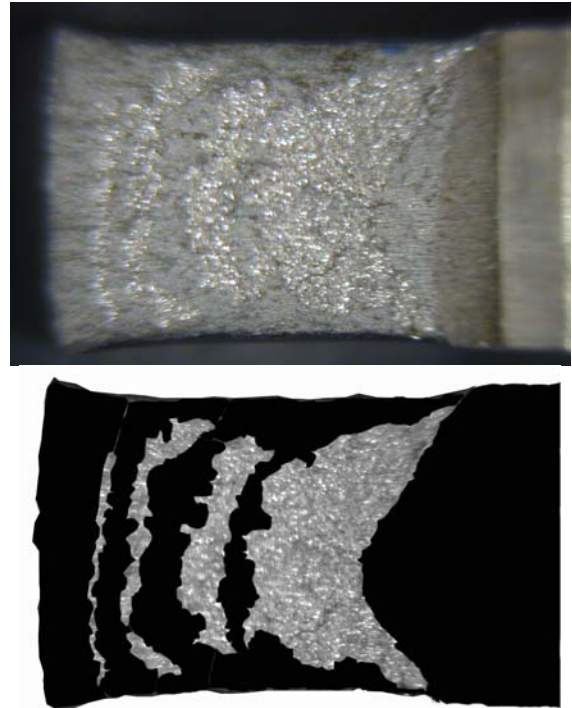


Figura 9. Superficie de fractura asociada al ensayo de tenacidad de fractura. Fracciones de área.

4. COMENTARIOS Y CONCLUSIONES

Los principales resultados de los ensayos realizados en esta investigación son los siguientes:

1) El gancho de elevación no cumplía determinados requisitos exigidos por las normas UNE que rigen el uso de este tipo de dispositivos, entre los que destacan:

- a) insuficiente contenido de aluminio (menor que 0,025 %) y a la vez una proporción de nitrógeno elevada (mayor que 0,0075 %), situación que marca a este acero como candidato a resultar fragilizado por envejecimiento por deformación,
- b) marcado daño superficial generalizado (rebabas, golpes, restos de óxido y la presencia de un cordón de soldadura), y
- c) marcado desgaste y deformación, con el consecuente incumplimiento de las cotas del gancho (fuera del rango de tolerancias).

2) Se observan grietas en la zona afectada por el calor (ZAC) de la soldadura, con morfología propia del llamado “agrietamiento por licuación”. Los contenidos relativos de carbono, manganeso y azufre del acero se encuentran fuera de los límites que evitan la aparición de dicho agrietamiento.

3) En la superficie de rotura existen evidencias que señalan el origen de la rotura en la ZAC de la

soldadura. En esta zona, que alcanzaría durante el soldeo una temperatura por encima de 500 °C y habría resultado recristalizada, la rotura tiene aspecto dúctil al observarla mediante microscopio electrónico de barrido (MEB).

4) La superficie de rotura muestra de manera generalizada una propagación frágil de la misma, con mecanismos de tipo clivaje, lo que se atribuye a una fragilización por envejecimiento tras la deformación.

5) La superficie del intradós del gancho tiene durezas superiores a las medidas en el núcleo del gancho, lo que sería consecuencia de la intensa deformación de esta zona por rozamiento y acción de los medios auxiliares de elevación.

6) Las propiedades mecánicas evaluadas lejos de la zona de rotura (esfuerzo de rotura = 497 MPa, límite de fluencia = 277 MPa, alargamiento máximo = 21,4 %, y “tenacidad” de 44,3 MPam^{1/2}) muestran valores que son “característicos” de un acero de la composición aquí determinada, en estado normalizado.

De acuerdo a las observaciones anteriores, la sucesión de hechos conducentes a la rotura fueron los siguientes:

1) El gancho fue fabricado con un acero cuya composición hacía posible el que pudiera experimentar tanto agrietamientos por licuación, como envejecimiento tras la deformación.

2) El uso del gancho produjo un deterioro superficial intenso, así como una deformación plástica o permanente por encima de lo que indican las normas. Esta deformación causó un endurecimiento del material.

3) La ejecución de un cordón de soldadura, coincidiendo con la zona en el gancho que se encuentra sometida al esfuerzo máximo de tracción, indujo varios efectos:

- a)** Generó grietas por licuación en la (ZAC) de la soldadura,
- b)** Permitió la regeneración de la estructura endurecida por deformación en aquellas zonas cercanas al cordón que alcanzaron temperaturas superiores a 500 °C, y
- c)** Indujo el envejecimiento tras la deformación de la sección restante del gancho, que alcanzó durante el soldeo temperaturas del orden de 200°C, pero no afectó a partes del gancho más lejanas al cordón.

4) Las grietas presentes en la zona afectada por el calor en la soldadura, en presencia de un esfuerzo mecánico externo (elevación de carga) experimentaron un crecimiento estable adentrándose en la zona donde sí cobra importancia el esperado fenómeno de fragilización.

5) Cuando la combinación entre el tamaño de una de las grietas mencionadas y el esfuerzo externo aplicado alcanzó un valor crítico (tenacidad a la fractura) el gancho experimentó una fractura catastrófica súbita (rotura inestable).

En resumen, los resultados permiten concluir que el accidente se debió a la fragilización por envejecimiento tras la deformación [9-15] del acero utilizado y que la fractura frágil ocurrió a partir de una grieta generada en el material durante el proceso de soldadura al que fue sometido el gancho de elevación.

AGRADECIMIENTOS

Los autores de este trabajo desean agradecer, la ejecución de la caracterización microestructural y de los ensayos mecánicos, a los técnicos de laboratorio Jesús Pinto (Y. Torres y J.M. Gallardo) y José Guareño (J. Domínguez).

REFERENCIAS

- [1] Cortés, J. M., “Ley de Prevención de Riesgos Laborales. Su Desarrollo complementario”, 3ª edición, Tébar, Madrid (2004)
- [2] Cortés, J. M., “Técnicas de Prevención de Riesgos Laborales. Seguridad e Higiene del trabajo”, 3ª edición, Tébar, Madrid (1998)
- [3] UNE 58-509-79, “Ganchos de elevación. Características generales”, (1979)
- [4] UNE-EN 1677-1, “Accesorios para eslingas. Accesorios de acero forjado, clase 8”, (2001)
- [5] UNE-EN 1677-5, “Accesorios para eslingas. Ganchos de elevación de acero forjado con lengüetas de seguridad”, (2002)
- [6] UNE-EN ISO 643:2004, “Acero. Determinación micrográfica del tamaño de grano aparente”, (2004)
- [7] UNE-EN 10002-1, Materiales Metálicos. Ensayos de Tracción. Parte 1: Método de Ensayo a Temperatura Ambiente, (2002)
- [8] E 399-90, “Standard Test Method for Fracture Toughness of Metallic Materials”, American Society for Testing and Materials, Philadelphia, (1990)
- [9] A.H. Cottrell, B.A. Bilby, Proc. Phys. Soc. A 62, 49 (1949)
- [10] J.D. Baird, Metall. Rev. 5, 1 (1971)
- [11] Faqian, L., Shuanlu, L., Helin, L., Changyi, Q., Jie, Z., Jiping, T., Jun, C., “Analysis of causes of casing elevator fracture”, Engineering Failure Analysis, 14, 606–613 (2007)
- [12] GB/T 4160-1984, “The experimental method for steel strain aging sensitivity (Charpy V impact testing) [S]”
- [13] Yokoyama Ken_Ichi, Nagumo Michihiko, “Brittle fracture initiation associated with the strain localisation in a heat-affected zone of a low carbon steel [J]”, Metall Mater Trans A; 29 (2):551–8 (1998)
- [14] Soenen, B., De, A.K., Vandeputte, S., De Cooman, B.C., “Competition between grain boundary segregation and Cottrell atmosphere formation during static strain aging in ultra low carbon bake hardening steels”, Acta Materialia 52, 3483–3492 (2004)
- [15] Dimitrmdies, C. A., Huang, Davidson, S. M., “Sem Cathodoluminescence Studies of Dislocation Recombination in Gap”, Solid State Electronics, 21, 1419-1423 (1978)

EFFECTO DE LA GEOMETRIA DE PROBETA EN LA “MASTER CURVE”

M. Serrano¹, J. Lapeña², A. Moreno³

^{1,2} División de Materiales Estructurales. Departamento de Tecnología. CIEMAT.

Avda de la Complutense 22.

28040 Madrid

E-mail: marta.serrano@ciemat.es; Jesus.lg@ciemat.es

³ Departamento de Ciencia e Ingeniería de los Materiales. ETSII. UPM

C/ José Gutiérrez Abascal, 2.

28006 Madrid

e-mail: antonio.moreno@upm.es

RESUMEN

La aplicación de la “Master Curve” en la evaluación de la integridad estructural de la vasija a presión del reactor se encuentra incluida en el Código ASME a través de varios Code Cases. Sin embargo, el establecimiento de márgenes no está definido, en concreto el margen necesario a aplicar cuando el valor de la temperatura de referencia de la “Master Curve” denominada T_0 se ha obtenido mediante el ensayo de probetas de flexión del tipo Charpy pre-agrietadas. La razón por la cual el valor de T_0 obtenido con estas probetas es menos conservativo que el obtenido con probetas compactas puede ser una pérdida de constricción debido al modo de aplicación de la carga. En este artículo se demuestra y cuantifica de forma experimental y computacional el valor del margen a aplicar a T_0 cuando es obtenido con probetas de flexión, sugiriendo un valor genérico aplicable a materiales de vasija irradiados. De esta forma se permitiría por los organismos reguladores el uso de las probetas irradiadas incluidas en las cápsulas de vigilancia de la vasija para determinar su tenacidad de fractura.

ABSTRACT

The “Master Curve” approach is included on the ASME Code through some Code Cases to assess the reactor pressure vessel integrity. However, the margin definition to be added is not defined as is the margin to be added when the Master Curve reference temperature T_0 is obtained by testing pre-cracked Charpy specimens. The reason is that the T_0 value obtained with this specimen geometry is less conservative than the value obtained by testing compact tension specimens possible due to a loss of constraint. In this paper the margin to be added to T_0 value when it is obtained by testing bend specimens is demonstrated and quantified empirically and numerically and a generic value is suggested for reactor pressure vessel materials.

PALABRAS CLAVE: Tenacidad de fractura, “Master Curve”, constricción.

1. INTRODUCCIÓN

La evaluación de la tenacidad de fractura del material de vasija irradiado se ha realizado tradicionalmente de forma indirecta a través del ensayo de impacto de las probetas Charpy irradiadas incluidas en las cápsulas de vigilancia de la vasija. Esta metodología ha sido mejorada durante los últimos años, ante la posibilidad de que las centrales nucleares puedan operar más allá de su vida inicial de diseño. Así en los programas de gestión de vida de las centrales se considera la aplicación nuevas técnicas de ensayo y análisis de datos que permitan utilizar probetas pequeñas, puesto que el material irradiado es escaso, y obtener la máxima información sobre las características mecánicas del material. Una de las mejoras más significativas es la posibilidad de aplicar el concepto de la “Master Curve”

[1, 2], según el cual se pueden obtener valores válidos de tenacidad de fractura mediante el ensayo de probetas pre-agrietadas de pequeño tamaño. La “Master Curve” define la variación de la tenacidad de fractura estática con la temperatura a través de una temperatura de referencia denominada T_0 , que se define como una propiedad del material, de la forma:

$$K_{(JCmed)IT} = 30 + 70 \exp(0,019(T - T_0)) \quad 1$$

La aparición de la técnica de la “Master Curve” supuso un gran avance en la mecánica de fractura puesto que se permite obtener valores reales de tenacidad de fractura del material de vasija irradiado mediante ensayos de flexión en tres puntos de las probetas Charpy pre-agrietadas, incluidas en las cápsulas de vigilancia. Esta técnica ha sido objeto de numerosos programas de investigación nacionales e internacionales, y se

encuentra parcialmente incluida en el Código ASME a través de dos Code Cases (N-629 y N-631). En estos Code Case se define una nueva temperatura de referencia RT_{T_0} , que depende del valor de T_0 sin embargo no se define el margen de seguridad a aplicar al valor de esta nueva temperatura de referencia.

La única aplicación de la “Master Curve” para determinar la tenacidad de fractura de material irradiado que ha aprobado la NRC fue para la C.N. Americana de Kewaunee en 2001 a través del cálculo de la temperatura de referencia RT_{T_0} [3]. Durante el proceso de aplicación se puso de manifiesto el hecho de que las probetas de flexión suministran valores de T_0 menos conservativos que las probetas de tipo compacto. La NRC denomina a la diferencia entre el T_0 obtenido mediante el ensayo de probetas compactas y el obtenido mediante el ensayo de probetas de flexión como “bias”. La NRC ha bloqueado todos los intentos de las Centrales Nucleares americanas de aplicar la “Master Curve” hasta que no se cuantifique de forma fiable el valor de este “bias”.

Por lo tanto, si el único material de vasija irradiado disponible para la determinación de la “Master Curve” son las probeta tipo Charpy incluidas en las cápsulas de vigilancia, es necesario cuantificar el margen, o “bias”, que se le debe de añadir al valor del T_0 obtenido. Actualmente se reconoce la existencia de este margen pero no existe un estudio exhaustivo para su cuantificación [4-7].

En este artículo se demuestra y cuantifica de forma experimental y computacional el valor del “bias”. Experimentalmente se demuestra mediante ensayos de tenacidad de fractura en la zona de transición de materiales de vasija no irradiados e irradiados, utilizando probetas de diferentes geometrías.

Por otro lado para la cuantificación analítica se ha determinado por el método de elementos finitos el campo tensional en fondo de grieta para determinar el valor del parámetro de constricción Q .

2. EXPERIMENTAL

2.1 Materiales y probetas

El programa experimental se ha realizado con dos tipos de aceros de vasija denominados JRQ y MVE. El material JRQ es el utilizado en los proyectos coordinados de investigación (CRP) del la Organización Internacional de la Energía Atómica, OIEA, sobre fragilización de aceros de vasija [8]. Este acero corresponde a la especificación ASTM A533 B1 pero con un mayor contenido en fósforo y azufre para estudiar el efecto de estos elementos aleantes en la fragilización por irradiación. El material MVE es un acero de vasija de nueva generación, también

correspondiente a una especificación ASTM A533 B1, pero con un bajo contenido en impurezas fragilizantes [9]. Se incluye también la caracterización del material JRQ irradiado con neutrones. Esta irradiación se llevó a cabo en la Unidad II de la Central Nuclear de Ascó, aprovechando el espacio dejado por una de las cápsulas de vigilancia. El flujo neutrónico recibido por la cápsula fue de $1.46 \cdot 10^{11}$ n/cm²/s y el valor medio de la fluencia fue de $3.64 \cdot 10^{18}$ n/cm² ($E > 1$ MeV) [10]. La composición química se muestra en la tabla 1

Tabla 1. Composición química

	C	Mn	P	S	Cu	Ni	Cr
MVE	0,177	1,42	0,005	0,002	0,041	0,632	0,118
JRQ	0,18	1,41	0,018	0,004	0,140	0,840	0,120

Se han mecanizado las siguientes probetas de flexión en tres puntos de espesores 5 mm, 10 mm y 12,7 mm respectivamente: 0,2TSEB, 0,4TSEB, 0,5TSEB y las siguientes probetas de tipo compacto de 10 mm, 12,7 mm y 25,4 mm de espesor: 0,4TCT, 0,5TCT y 1TCT. La probeta 0,4TSEB se corresponde con la Charpy pre-agrietada.

Los ensayos se han realizado siguiendo la norma ASTM E 1921-05 [11], según la cual se corrige el efecto del tamaño de la probeta mediante la siguiente ecuación:

$$K_{JC(1T)} = 20 + (K_{JC(x)} - 20) \left(\frac{B_x}{25,4} \right)^{1/4} \quad 2$$

Donde K_{JCx} es el valor de la tenacidad de las probetas de espesor B_x sin corregir y $K_{JC(1T)}$ es el valor de la tenacidad corregido a 1” de espesor (25,4 mm).

El valor de T_0 se ha determinado por el método de multi-temperatura seleccionando los resultados de tenacidad, una vez realizada la corrección de tamaño, en el rango de temperatura de $T_0 \pm 50^\circ\text{C}$ y resolviendo la siguiente ecuación de forma iterativa:

$$\sum_{i=1}^N \delta_i \frac{\text{EXP}}{11+77*\text{EXP}} - \sum_{i=1}^N \frac{(K_{JC(i)} - 20)^4 \text{EXP}}{[11+77*\text{EXP}]^5} = 0 \quad 3$$

Donde T_i es la temperatura de ensayo correspondiente a $K_{JC(i)}$; $K_{JC(i)}$ es el valor de la tenacidad de fractura válida o la censurada (sustituyéndola por $K_{JC(\text{limite})}$) para la temperatura T_i ; δ_i es igual a 1 si el dato es válido e igual a 0 si el dato está censurado y $\text{EXP} = \exp(0,019(T - T_0))$.

Los datos se censuran si superan el valor límite de la norma dado por la ecuación:

$$K_{JC(\text{limite})} = \sqrt{\frac{Eb_0\sigma_0}{30(1-\mu^2)}} \quad 4$$

Donde E es el módulo de Young, σ_0 es el límite elástico para la temperatura de ensayo, b_0 es el ligamento resistente y μ es el coeficiente de Poisson.

2.2 Resultados

En la tabla 2 se muestran el material ensayado y las diferentes geometrías de probetas, con sus respectivos valores de espesor B, el valor de T_0 y el número de probetas ensayadas N.

Tabla 2. Valores de T_0

MATERIAL	PROBETA	Espesor B (mm)	T_0 (°C)	N
JRQ	0.2TSEB	5	-76	33
	0.4TSEB	10	-71	31
	0.5TSEB	12.7	-72	17
	0.4TCT	10	-51	26
	0.5TCT	12.7	-55	29
JRQ Irradiado	0.4TSEB	10	-24	22
	0.5TCT	12.7	-2	9
MVE	0.4TSEB	10	-130	30
	1TCT	25.4	-119	13

En la figura 1 se muestran los resultados de los ensayos de tenacidad de fractura corregidos al espesor de referencia de 1" mediante la ecuación 2 frente a la temperatura indexada con T_0 .

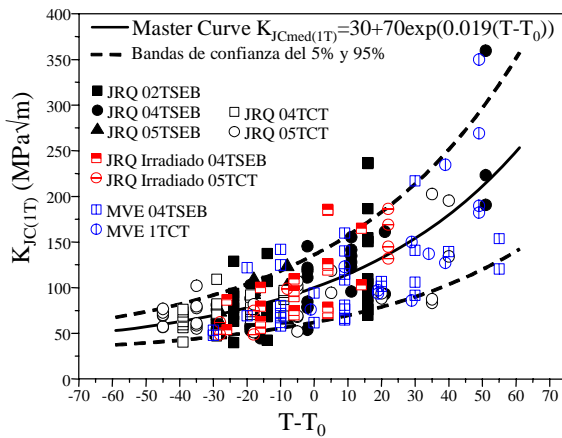


Figura 1. Resultados de los ensayos de tenacidad de fractura

3. COMPUTACIONAL

3.1 Modelos

El análisis no lineal de elementos finitos se ha realizado con el programa ABAQUS. Por simetría se ha modelado la mitad de las siguientes geometrías, (ver figura 2):

- Modelo de frontera para determinar la solución de alta constricción propuesto por Larsson y Carlsson [12]
- Probetas de flexión en tres puntos: 0.4TSEB, 0.5TSEB y 1TSEB

- Probetas compactas: 0.4TCT, 0.5TCT y 1TCT

Para todas las geometrías la punta de grieta se ha modelado de forma redondeada con un radio de $a \times 10^{-5}$ donde a es la longitud de grieta en estudio. En la zona del frente de grieta la malla se ha refinado considerablemente para ayudar a la convergencia del problema.

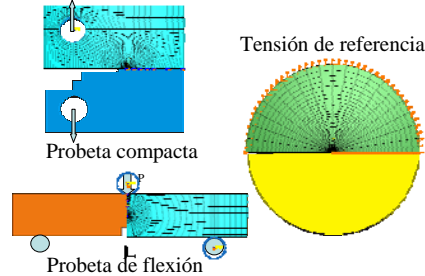


Figura 2. Modelos de elementos finitos.

El modelo constitutivo del material sigue una ley potencial de la forma:

$$\frac{\varepsilon}{\varepsilon_0} = \frac{\sigma}{\sigma_0} \text{ para } \varepsilon < \varepsilon_0 \text{ y } \frac{\varepsilon}{\varepsilon_0} = \left(\frac{\sigma}{\sigma_0} \right)^n \text{ para } \varepsilon > \varepsilon_0 \quad 5$$

Donde σ_0 es la tensión de referencia, en este caso el límite elástico, ε_0 es la deformación correspondiente a la tensión de referencia, es decir σ_0/E y n es el exponente de endurecimiento. Como los materiales en estudio en este trabajo son los materiales de vasija, se ha elegido valores del exponente de endurecimiento y de límite elástico n y E/σ_0 representativos de estos materiales. En concreto se ha elegido un valor de $n=10$ y de E/σ_0 de 500 como material de vasija no irradiado y de $n=20$ y de E/σ_0 de 300 como material irradiado, de esta manera se simula el endurecimiento debido a irradiación.

Además se ha utilizado la curva tensión-deformación del material JRQ a -90°C , obtenida mediante el ensayo de tracción, en donde el límite elástico es de 570 MPa, $n=10$ y $E=210000$ MPa.

La evaluación computacional de la pérdida de constricción se realiza mediante el uso del parámetro Q. O'Dowd y Shih [13] definen el parámetro Q como la diferencia en la tensión de apertura de grieta de la configuración de interés σ_{YY} y la correspondiente al estado de alta constricción (plastificación confinada o "small scale yieldin"), $(\sigma_{YY})_{SSY}$ normalizada con el límite elástico σ_0 :

$$Q = \frac{\sigma_{YY} - (\sigma_{YY})_{SSY}}{\sigma_0} \text{ para } \theta=0 \text{ y } r=2J/\sigma_0 \quad 6$$

Las geometrías con baja constricción presentan valores de $Q \ll 0$ mientras que geometrías con alta constricción presentan valores de $Q \geq 0$.

3.2 Resultados

En la figura 3 se muestra a modo de ejemplo la tensión de apertura de grieta normalizada con el límite elástico frente a la distancia del fondo de grieta normalizada para una probeta 0.4TSEB y la solución de referencia SSY del material JRQ. Para más información acerca de la distribución de tensiones de las diferentes geometrías y materiales se puede encontrar en la referencia 14.

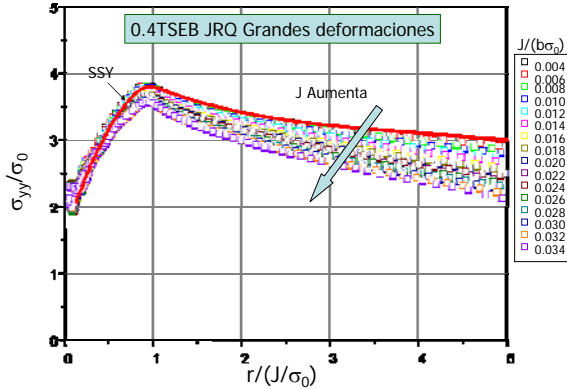


Figura 3. Variación de la tensión de apertura de grieta en una probeta 0.4TSEB y la solución de referencia SSY del material JRQ.

La figura 4 muestra las trayectorias J-Q para las geometrías en estudio del material JRQ. En esta gráfica Q está definido para $r/(J/\sigma_0)=2$ mientras que J está normalizada por $b\sigma_0$, para poder representar a las probetas geoméricamente semejantes.

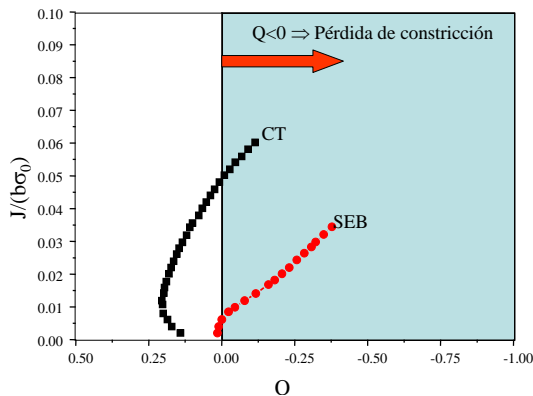


Figura 4. Trayectorias J-Q para las probetas de flexión (SEB) y compactas (CT).

Las trayectorias J-Q suministran una descripción del diferente nivel de constricción a medida que aumenta la carga. Para cargas bajas, la tensión cercana al fondo de grieta y las deformaciones evolucionan de forma análoga al campo tensional correspondiente al campo de plastificación confinada, SSY. Este campo tensional de alta constricción está asociado a bajo niveles de Q, tanto negativos como positivos. Cuando la plastificación progresa, las tensiones en fondo de grieta comienzan a relajarse y son menores que las de la condición SSY.

Esta pérdida de constricción se refleja en un descenso en el valor de Q.

4. DISCUSION

A la vista de los resultados de la tabla 2 el valor de T_0 obtenido con probetas de flexión en tres puntos es siempre menor que el obtenido con el ensayo de probetas de tipo compacto. Esta diferencia se encuentra cuantificada en la siguiente tabla.

Tabla 3. Valores del bias obtenidos experimentalmente

MATERIAL	PROBETA	T_0 (°C)	Bias (°C) $T_{0(CT)} - T_{0(SEB)}$
	0.4TSEB	-71	16
	0.5TCT	-55	
JRQ Irradiado	0.4TSEB	-24	22
	0.5TCT	-2	
MVE	0.4TSEB	-130	11
	1TCT	-119	

El valor del bias obtenidos por otros autores [14] varía entre 8°C y 28°C. Si representamos todos los valores de T_0 obtenido mediante probetas CT y probetas SEB, se obtiene una correlación lineal tal y como muestra la figura 5. Esta correlación presenta un coeficiente de 0.98 y predice que el valor del “bias” es de 17°C.

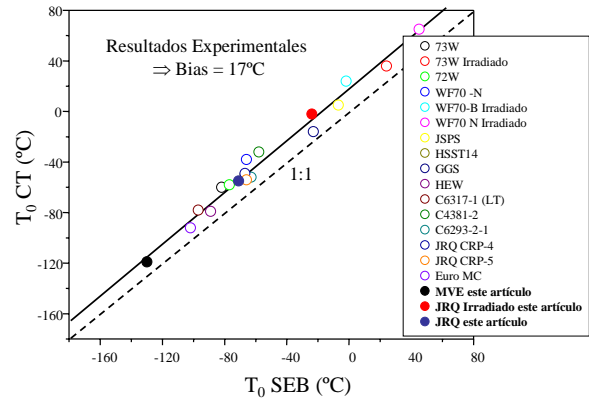


Figura 5. Comparación del “bias” obtenido con el de la bibliografía [14]

La mayoría de los resultados mostrados en la figura 5 se han obtenido comparando probetas Charpy pre-agrietadas (0,4TSEB) con probetas compactas de 1/2” de espesor (0,5TCT). Como estas probetas tienen distinto espesor pudiera pensarse que la diferencia en el valor de T_0 es debida a un efecto del espesor. Recordemos que el efecto del espesor en el valor de T_0 se solventa teóricamente con la corrección de la ecuación 2. Para clarificar este efecto se pueden comparar los valores de T_0 obtenido para el material JRQ con probetas de flexión y compactas de diferente espesor de la tabla 2.

Así para las probetas de flexión de distintos espesores, el valor de T_0 es muy similar, siendo el valor medio de -73°C con una desviación estándar de $\pm 2.6^\circ\text{C}$. En el caso de las probetas CT, el valor medio es de -53°C con una desviación de $\pm 2.8^\circ\text{C}$. De este análisis se desprende que T_0 parece no depender del espesor de la probeta ensayada siempre y cuando sea de la misma geometría, tanto para las probetas de flexión como para las probetas compactas. Por lo tanto se confirman que en este caso la corrección de tamaño propuesta por Wallin (ecuación 2) es correcta y por lo tanto, el espesor no afecta al valor de T_0 , sino la geometría.

Si analizamos los resultados del análisis por elementos finitos de la probeta 0.4TSEB (ver figura 3), vemos que a medida que la carga aumenta, el valor de la tensión de apertura de grieta va disminuyendo y alejándose de la tensión de referencia, lo que implica una relajación de tensiones que confirma la existencia de una pérdida de constricción. Este efecto se ve claramente en las trayectorias J-Q de la figura 4. Para las probetas compactas, el valor de Q se mantiene positivo a bajos niveles de carga y gradualmente cambia a valores negativos cuando aumenta la carga. Para el caso de las probetas de flexión, el valor de Q comienza a ser negativo para valores de carga mucho menores que las probetas compactas lo que indica una pérdida de constricción para valores muy tempranos del ensayo.

Para corregir computacionalmente esta pérdida de constricción se pueden utilizar modelos micromecánicos de clivaje. De los modelos existentes, cabe destacar el modelo de Weibull desarrollado por Beremin [15] y el modelo de escala desarrollado por Dodds y Anderson [16]. No existe un consenso internacional acerca de la aplicación de estos modelos, existiendo ciertas discrepancias y puntos abiertos principalmente en la calibración de los parámetros que intervienen en el modelo. Trabajos anteriores [14] apuntan a que el modelo de Beremin sugiere un bias de 16°C y el modelo de escala de Anderson un bias de 18°C .

En este artículo se propone una corrección de la constricción mediante el uso del límite de deformación admisible M .

El límite de censura de datos incluido en las normas clásicas de ensayo de tenacidad de fractura pretende asegurar que la tenacidad de fractura medida es independiente del tamaño de la probeta. Este requisito se representa por la siguiente ecuación:

$$M_{\text{lim}} > \frac{b\sigma_0}{J_C} > \frac{b\sigma_0 E}{K_{JC}^2 (1-\mu^2)} \quad 7$$

Donde b es el ligamento resistente, σ_0 es el límite elástico, E es el módulo de Young, μ es el coeficiente de Poisson, J_C es la integral-J en la iniciación de la fractura, K_{JC} es la tenacidad de fractura y M_{lim} es el límite de deformación admisible.

El valor de M_{lim} es de 30 en la norma ASTM E1921 y de 50 en la norma ASTM E1820. Diversos autores [17, 18] sugieren valores mayores de M_{lim} , entre 50 y 200 mediante cálculos numéricos de elementos finitos. Los análisis iniciales de Anderson y colaboradores [16] sobre el valor de este límite sugerían un valor de M_{lim} de 200 para probetas SEB, pero más adelante [18] estos mismos autores relajaron este límite a un valor de entre 50 y 100 dependiendo del exponente de endurecimiento del material.

Teniendo en cuenta los resultados aquí expuestos, el valor de la norma ASTM E1921 de $M_{\text{lim}} = 30$ parece no adecuado para las probetas de flexión del material JRQ. Si observamos la figura 4, podemos ver que para este caso un valor de M_{lim} cercano a 100 (ó lo que es lo mismo $J_0/b\sigma_0$ cercano a 0,01) sería más adecuado, puesto que es a partir de este valor cuando la pérdida de constricción empieza a ser apreciable. Análisis similares realizados por otros autores [6] también sugieren un valor de M_{lim} de 100 para probetas de flexión siendo el valor de 30 adecuado para probetas compactas.

Si calculamos el valor de T_0 para las probetas 0.4TSEB del material JRQ con un valor de M_{lim} de 100, tal y como se sugiere de los cálculos numéricos, se obtiene un valor de -53°C , que se acerca de forma sorprendente al determinado por las probetas 0.5TCT (ver tabla 3). Un cambio en el límite de validez para las probetas SEB provoca un desplazamiento de la tenacidad de fractura hacia valores más conservativos sugiriendo un bias de 18°C similar al obtenido experimentalmente.

5. CONCLUSIONES

Como resultado del trabajo experimental y computacional se derivan las siguientes conclusiones:

1. Las probetas de flexión suministran valores mayores de tenacidad de fractura que las probetas compactas debido un diferente estado de constricción en el fondo de la grieta.
2. Esta diferencia en el valor de tenacidad provoca una diferencia en la temperatura de referencia de la "Master Curve" T_0 , denominada bias. El valor del "bias" tanto experimental como computacional se encuentra entre 16 y 18°C .
3. El límite de tamaño incluido en la norma ASMT E1921 es poco restrictivo en el caso de las probetas de flexión.

6. AGRADECIMIENTOS

Parte de la presente artículo se enmarca dentro de dos proyectos PCI co-financiados por CIEMAT y CSN-

UNESA que conforman la participación española en los proyectos del Organismo Internacional de la Energía Atómica (OIEA) CRP IV "Assuring structural integrity of reactor pressure vessels" y CRP V "Surveillance programmes results application to reactor pressure vessel integrity assessment".

7. REFERENCIAS

- [1] K. Wallin, "The scatter in KIC results", *Engineering Fracture Mechanics* Vol. 19(6), Pp. 1085-1093, 1984.
- [2] K. Wallin, "The size effect in KIC results", *Engineering Fracture Mechanics* Vol. 22(1), Pp. 149-163, 1985.
- [3] R.G. Lott, and W.L. Server, "Master Curve Assessment of Kewaunee Power Station Reactor Pressure Vessel Weld Material", WCAP-16609-NP, October 2006
- [4] K. Wallin, T. Planman, M. Valo, and R. Rintamaa, R., "Applicability of miniature size bend specimens to determine the Master Curve reference temperature T₀", *Engineering Fracture Mechanics* Vol. 68, pp. 1265-1296, 2001
- [5] M. Scibetta, "Constraint assessment in PCCV and IT C(T) specimens using 3-D finite element simulations". Convention Electrabel-SCK-CEN. BLG-861. October 2000
- [6] J.A. Joyce, and R.L. Tregoning, "Determination of constraint limits for cleavage initiated toughness data", *Engineering Fracture Mechanics*, Vol. 72(10), pp. 1559-157, 2005
- [7] J.P. Petti, and R.H. Dodds Jr., "Constraint comparisons for common fracture specimens: C(T)S and SE(B)S". *Engineering Fracture Mechanics*, Vol 71(18), pp. 2677-268, 2004
- [8] "Reference manual on the IAEA JRQ correlation monitor steel for irradiation damage studies", IAEA TECDOC Series No. 1230, 2001
- [9] M. Serrano, J. Lapeña, "Caracterización de los aceros SA 533 Grado B Clase 1 y SA 508 Clase 3 de la tapa de la vasija de la C.N. José Cabreara", DFN/ME-18/IE-97, 1997
- [10] J. Lapeña, J. et al, "Comportamiento frente a la irradiación neutrónica de los materiales de vasija de reactores de agua ligera. Informe final". Editorial CIEMAT, ISBN 84-7834-186-2, 1993
- [11] ASTM Standard E1921-05, "Test method for determination of reference temperature, T₀, for ferritic steels in the transition range," Annual Book of ASTM Standards, Vol. 03.01, American Society for Testing and Materials, West Conshohoken
- [12] S.G. Larsson and A.J. Carlsson, 1973, "Influence of non-singular stress terms and specimen geometry on small scale yielding at crack-tip in elastic-plastic materials", *Journal of Mechanics and Physics of Solids*, Vol.21., pp. 263-277, 1973
- [13] N.P. O'Dowd and C.F. Shih, "Two parameter fracture mechanics: theory and applications" NUREG/CR-5958, 1993
- [14] M. Serrano, "Evaluación computacional del efecto de la pérdida de constricción en la tenacidad de fractura de la vasija de reactores nucleares". Tesis Doctoral, ISBN-978-84-7834-555-7. NIP0 654-07-041-2. 2007
- [15] F.M. Beremin, "A local criterion for cleavage fracture of a nuclear pressure-vessel steel", *Metallurgical Transactions a-Physical Metallurgy and Materials Science*, Vol. 14(11), pp. 2277-2287, 1983
- [16] T.L. Anderson T.L., et al (1991), "Specimen size requirements for fracture toughness testing in the ductile-to-brittle transition regime", *Journal of Testing and Evaluation*, Vol 19, pp. 123-134, 1991
- [17] K.C. Koppenhoefer, and R.H.. Dodds, "Size and deformation limits to maintain constraint in K_{IC} and J_C testing of bend specimens", NUREG/CR-6191, 1995
- [18] M. Nevalainen, and R.H. Dodds, "Numerical investigation of 3-D constraint effects on brittle fracture in SE(B) and C(T) specimens", NUREG/CR-6317, 1996

MODELO NUMÉRICO PARA ANALIZAR EL COMPORTAMIENTO A PANDEO DE PANELES ESBELTOS DE HORMIGÓN ARMADO

J. R. Carmona, G. Ruiz, y R. Porras-Soriano

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 un modelo para estudiar el comportamiento frente a pandeo de paneles esbeltos de hormigón armado. El modelo reproduce la pérdida de rigidez del panel durante el proceso de carga debido a la iniciación y progreso de fisuras en el hormigón. Esta pérdida de rigidez va a provocar un aumento en las deformaciones transversales, facilitando el fallo por pandeo. Para modelar el comportamiento del hormigón se han simplificado todos los procesos de fractura a una única fisura situada en la parte central del elemento. Las características del hormigón fueron modeladas mediante un modelo cohesivo. La metodología es práctica y sencilla de implementar en programas de elementos finitos comerciales. En la parte final del artículo incluimos una discusión de los resultados obtenidos, contrastándolos con resultados experimentales y analizando la sensibilidad del modelo a la esbeltez del panel y las características del hormigón.

ABSTRACT

This work reports a model that predicts the behaviour of reinforced concrete panels when subjected to buckling. The model simulates the loss of stiffness of these structures (which is of great importance in their failure) due to the initiation and development of cracks during loading. The fracturing process was represented by considering a single crack at the centre of the panels. The behaviour of the concrete was described by means of a cohesive model. The methodology of the proposed model is simple and practical, and can be integrated into commercial finite element programs. The model was validated comparing its predictions with experimentally obtained results. The sensitivity of the model to changes in the slenderness of the panel, the reinforcement ratio and the characteristics of the concrete was determined.

ÁREAS TEMÁTICAS PROPUESTAS: Aplicaciones y Casos Prácticos en Ingeniería

PALABRAS CLAVE: Hormigón armado, pandeo, modelo cohesivo

1. INTRODUCCIÓN

Durante el proceso de carga de un panel o pilar de hormigón armado a compresión excéntrica se desarrollan diversos procesos de fisuración que producen cambios en la rigidez del elemento. Esta pérdida de rigidez va a tener una gran influencia en el fallo por pandeo del panel o pilar [1]. El pandeo de elementos de hormigón armado ha sido en los últimos años objeto de diferentes investigaciones. Entre ellas podemos destacar las realizadas por Bažant et al., en las que propusieron una solución analítica asumiendo una deformación de forma sinusoidal del elemento comprimido [2, 3], o recientemente Yalcin y Saatcioglu desarrollaron un modelo para estudiar el pandeo que consideraba la adherencia entre hormigón y acero, y la formación de una zona plastificada en el centro del elemento [4]. Todos estos estudios han ayudado a comprender mejor el fenómeno del pandeo en elementos de hormigón y las variables que en él intervienen. No obstante, el análisis global de un elemento teniendo en cuenta las propiedades mecánicas de los materiales y su interacción con el proceso de inestabilidad geométrica está todavía lejos de

ser perfecto. Por ello se hace necesario un análisis detallado del comportamiento del elemento comprimido con una modelación acorde al comportamiento físico del mismo.

En el caso particular de los paneles de fachadas o pilares débilmente armados, al ser estos elementos muy esbeltos y poseer cuantías de armado relativamente bajas, los procesos de fisuración van a tener una influencia elevada en el comportamiento global del elemento. Como marco teórico para realizar el estudio vamos utilizar teorías basadas en Mecánica de la Fractura aplicada al hormigón [5]. Precisamente la relación entre el desarrollo de los procesos de fisuración y el fallo del elemento va a permitir que el fallo por pandeo pueda ser estudiado mediante estas teorías [6]. El estudio plantea un modelo siguiendo las directrices del método general para estudiar el estado límite de inestabilidad descritas en la Norma Española sobre Hormigón Estructural, EHE (artículo 43.2) [7]. En el modelo vamos a tener en cuenta las no linealidades materiales (acero, hormigón y adherencia entre ambos) y geométricas.

2. PLANTEAMIENTO DEL PROBLEMA

El fallo por pandeo de un panel o pilar esbelto sometido a esfuerzos de compresión se produce generalmente de forma frágil, sin previo aviso. En general, antes de alcanzar la carga de pandeo, la tensión en la sección central del panel supera la resistencia de tracción del material y comienzan a desarrollarse diversos procesos de fisuración. Estas fisuras provocan una considerable pérdida de rigidez en el elemento lo que conlleva que las deformaciones transversales aumenten y con ello el peligro de pandeo se incrementa de forma considerable.

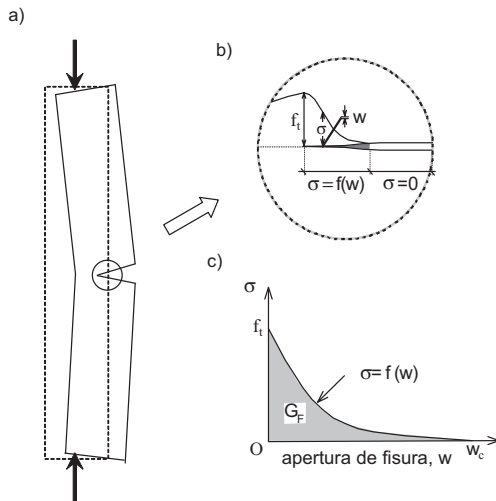


Figura 1: (a) Panel sujeto a una carga excéntrica; (b) Fisura cohesiva; (c) Función de ablandamiento y energía de fractura.

El riesgo de fallo por pandeo tras la iniciación de los procesos de fisuración en paneles y pilares débilmente armados es lo que nos ha conducido a estudiar detalladamente el fallo por pandeo en elementos de hormigón armado. En el presente trabajo partimos del modelo propuesto por Ruiz, Carmona y Cendón [8], que hace posible la propagación de fisuras a través de la armadura y que permite el deterioro de la intercara acero-hormigón. La estrategia seguida consiste en superponer los dos materiales, y unirlos mediante una serie de vínculos que permitan reproducir su comportamiento conjunto [9]. El modelo que proponemos además se plantea en grandes deformaciones, de forma que el problema del pandeo queda resuelto de modo explícito, al tenerse en cuenta la geometría deformada del panel en cada paso de carga. El modelo va a realizarse en dos dimensiones estando el eje de simetría de la sección contenido en el plano de pandeo, véase la Figura 1a.

La fractura del hormigón se representa por medio de un modelo cohesivo. La fisura se inicia cuando una de las tensiones principales alcanza en un punto el valor de la resistencia a tracción de material, f_t , véase la Figura 1b. Tras alcanzar la tensión de tracción máxima la resistencia baja a cero de forma progresiva, reproduciendo el proceso de daño desde que el material se encuentra sano hasta

que se abre completamente la fisura. Durante este proceso de ablandamiento, véase la Figura 1c, van a transmitirse tensiones entre los labios de la fisura.

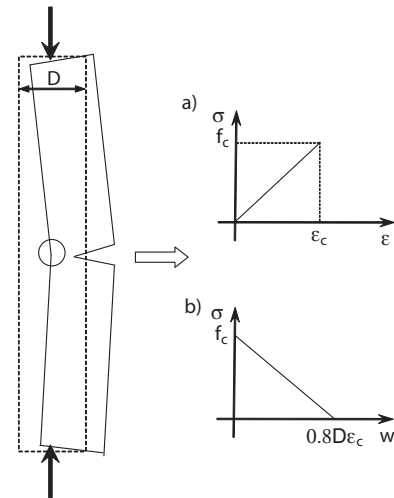


Figura 2: Modelado del hormigón en compresión: (a) Diagrama tensión-deformación; (b) Diagrama tensión-desplazamiento.

Al igual que en el proceso de fractura en tracción, en compresión también se observa una localización del daño tras alcanzar la resistencia a compresión, f_c . El comportamiento es más complejo que en tracción debido al confinamiento del material. Estos efectos fueron ampliamente estudiados por van Mier [10]. Hillerborg propuso un modelo sencillo, similar al de fisura cohesiva, para reproducir el comportamiento del hormigón en compresión [11]. Antes de alcanzar la carga máxima el comportamiento del hormigón es descrito mediante un diagrama tensión-deformación, Figura 2a, y tras la carga máxima por un diagrama tensión-desplazamiento, Figura 2b, donde D es el canto del elemento y ϵ_c es la deformación última del hormigón.

El comportamiento de la intercara acero-hormigón se modela a partir de una ley que relaciona las tensiones tangenciales que se transmiten con el desplazamiento relativo entre los materiales (τ_c-s). El esfuerzo tangencial lo podemos representar a través de una función que representa la tensión de adherencia por unidad de longitud [8].

3. MODELO MECÁNICO

En la Figura 3 mostramos un esquema con el modelo mecánico propuesto para estudiar el pandeo de los paneles y pilares. El panel se encuentra biarticulado en ambos extremos y la carga se aplica con una excentricidad inicial, e_0 , que es constante y del mismo signo a lo largo del panel o pilar. Al existir simetría con respecto a la sección central, se representa y se modela únicamente la mitad del panel. La fisura cohesiva situada en la sección central del panel se representa por medio de unos elementos tipo muelle que siguen la función de ablandamiento del

hormigón. La masa del hormigón se discretiza de modo continuo usando elementos triangulares de 6 nodos.

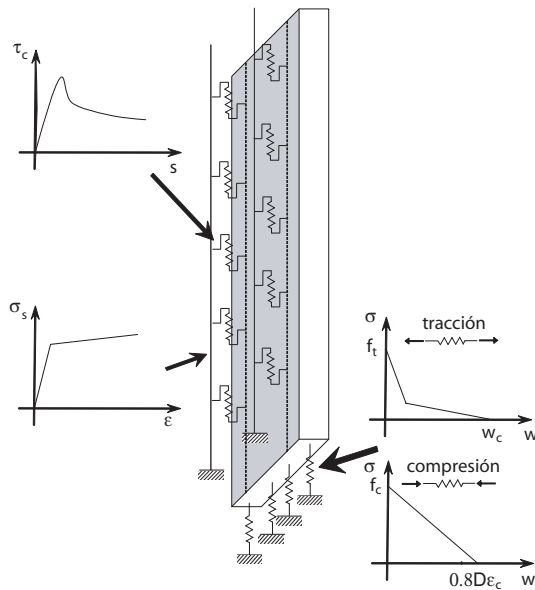


Figura 3: Modelo mecánico.

Para modelar el refuerzo se crean una serie de líneas de nodos en los elementos que representan al hormigón. Dichos nodos se duplican y se unen entre sí por medio de unos elementos tipo barra que simulan el refuerzo. El primer nodo, coincidente con el extremo en la fisura cohesiva se bloquea en su movimiento vertical con objeto de representar la restricción al movimiento debida a la mitad de armadura no simulada. Los nodos que representan la armadura se conectan con sus recíprocos en el hormigón por medio de unos elementos tipo muelle que transmiten una fuerza entre ellos, la cual se calcula teniendo en cuenta el perímetro de la sección de la armadura, la distancia entre nodos y la ley de tensiones tangenciales. Se debe de disponer un número de elementos tal que resuelva la zona de transferencia de tensiones entre acero y hormigón. Este número de elementos estará relacionado con la longitud de anclaje necesaria para las barras. Para que los elementos barra se desplacen conjuntamente con la matriz de hormigón hemos dispuesto unos elementos horizontales muy rígidos que unen los nodos de las barras con sus correspondientes nodos en el hormigón en sentido transversal. Hacemos, pues, la hipótesis de que las barras están suficientemente sujetas como para que no se produzca su pandeo.

Es importante destacar que esta forma de modelar la armadura conserva la continuidad en el hormigón y, por tanto, permite que la fisura cohesiva progrese a través de la capa o capas de armado. Este modelo también es compatible con hipótesis más refinadas para la matriz cohesiva, como aquellas en las que se tiene en cuenta la microfisuración, el efecto de la fluencia o el envejecimiento del hormigón. También el modelo es susceptible de incorporar en próximas versiones modelaciones mas complejas del comportamiento a compresión del hormigón. En la

Figura 4 mostramos la discretización realizada de la masa de hormigón y la posición de las capas de armado.

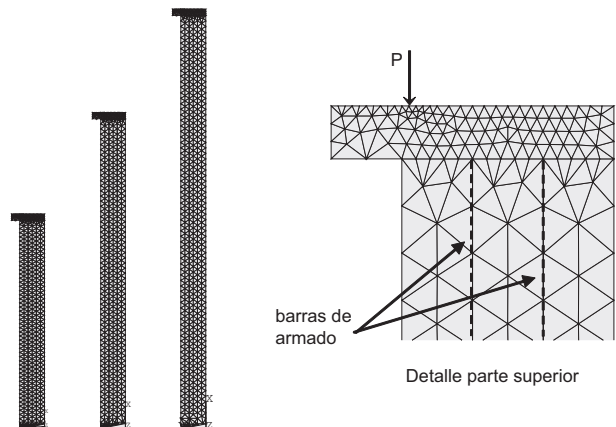


Figura 4: Ejemplo de mallado.

Para la implementación y resolución de este modelo hemos utilizado el programa de elementos finitos ANSYS. Con ello también queremos mostrar que es posible con herramientas comerciales la resolución de este tipo de modelos. Por la forma de modelar el hormigón a partir de todas sus características, incluyendo los parámetros en fractura, el modelo es susceptible de ser utilizado para estudiar el comportamiento frente a pandeo de pilares y paneles fabricados con otros tipos de hormigones como hormigones con fibras, hormigones ligeros o de alta resistencia y otros materiales considerados quasifrágiles como fabricas de ladrillo o columnas de materiales pétreos, siempre que estén convenientemente caracterizados. La carga se introduce en el modelo a través de desplazamiento impuesto sobre una placa con una rigidez muy superior a la del hormigón situada en el extremo de la mitad del panel modelado, véase la Figura 4. De esta forma podemos evaluar la carga de pandeo del panel o pilar para diferentes excentricidades. En los cálculos que hemos realizado no hemos tenido en cuenta el peso propio del panel, el cual, para paneles muy esbeltos, puede ser una fracción importante en la carga resistida. No obstante, introducir este parámetro en los cálculos sería relativamente sencillo. Por último, el modelo mecánico presentado es extrapolable a tres dimensiones, con lo que se podría estudiar el problema del pandeo con flexión esviada.

4. VALIDACIÓN DEL MODELO

Si bien existen numerosos estudios experimentales de pandeo en pilares de hormigón, la mayoría de las publicaciones y estudios no recogen una completa caracterización de los materiales y en muchos casos la metodología de ensayo seguida hace difícilmente modelables los mismos. Asimismo, la dificultad que entraña la realización de unos ensayos estables tras la carga máxima y en los que todo el proceso de pandeo quede recogido convenientemente es grande. En particular para contrastar el modelo vamos a utilizar los resultados de la campaña experimental realizada por Bažant y Kwon [12] para estudiar el

efecto de escala en el pandeo de piezas de hormigón. La razón fundamental para tomar estos resultados es la cuidadosa realización de los ensayos y el amplio rango de esbelteces cubierto con ellos. En esta campaña se ensayaron 9 tipos de pilares variando la esbeltez y las dimensiones de su sección.

Los pilares fueron contruidos con un micro-hormigón con un tamaño máximo de árido de 3 mm. La resistencia del hormigón medida en probetas cilíndricas de 150 mm de alto por 75 mm de diámetro fue de 28.96 MPa. Para realizar el armado utilizaron barras de acero lisas con un módulo de elasticidad de 200 GPa y un límite elástico de 552 MPa. El porcentaje de armado se mantuvo constante en todo el programa experimental siendo igual a 4.91 %. Se ensayaron tres secciones cuadradas de pilares diferentes de lado 12.7, 25.4 y 50.8 mm. Para cada tamaño se realizaron pilares de tres esbelteces diferentes con un valor igual a $\lambda = 19.2, 35.8$ y 52.5 . Por cada tipo de pilar se ensayaron tres probetas. En total se realizaron 27 ensayos.

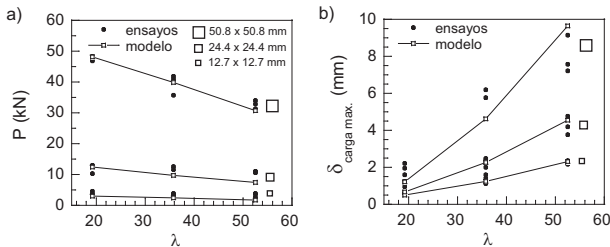


Figura 5: Contrastación experimental: (a) Carga máxima; (b) Desplazamiento en la sección central para la carga máxima, en función de la esbeltez, λ .

La Figura 5 muestra los resultados obtenidos en la experimentación y los obtenidos con el modelo. En la Figura 5a en ordenadas representamos la carga máxima obtenida en los ensayos y con el modelo y en abscisas la esbeltez de la columna. El modelo capta de forma sensiblemente correcta la carga máxima obtenida experimentalmente. El modelo es sensible al aumento de la esbeltez disminuyendo la carga al aumentar ésta. En la Figura 5b mostramos en abscisas nuevamente la esbeltez y en ordenadas el valor del desplazamiento o flecha en la sección central en el momento de alcanzar la carga máxima. Experimentalmente se aprecia que el desplazamiento en carga máxima aumenta al aumentar la esbeltez. El modelo reproduce este efecto y los valores obtenidos son del mismo orden que los valores obtenidos experimentalmente y los valores obtenidos para la carga de pandeo y el desplazamiento han sido reproducidas por el modelo de forma sensiblemente correcta.

5. EFECTO DE LA ESBELTEZ

Para estudiar cómo responde el modelo a los cambios de esbeltez vamos a modelar un panel de hormigón armado que tiene una altura, L , variable, un canto, D , de 120

mm y un ancho, b , de 1000 mm. El armado del panel esta formado por 2 capas de 4 barras de 16 mm de diámetro ($\rho_l = 0.67\%$) cada una situadas longitudinalmente a lo largo del panel a una distancia de 40 mm de los paramentos extremos. La excentricidad inicial considerada en los cálculos es $e_0 = 40$ mm. La altura del panel se ha variado desde los 2 metros hasta los 9 metros, lo cual, es equivalente a variar la esbeltez desde 55.5 a 250. La Figura 6a muestra la curvas carga-desplazamiento en el punto de aplicación de la carga ($P-u$) obtenidas. Cuando aumenta la esbeltez disminuye la carga de pandeo. Al incrementarse la flexibilidad del elemento el desplazamiento transversal en carga máxima también se ve incrementado. En la Figura 6b se aprecia que al aumentar la esbeltez se acentúa el carácter no lineal de la respuesta del panel. Tanto el momento como la carga máxima disminuyen con el aumento de la esbeltez.

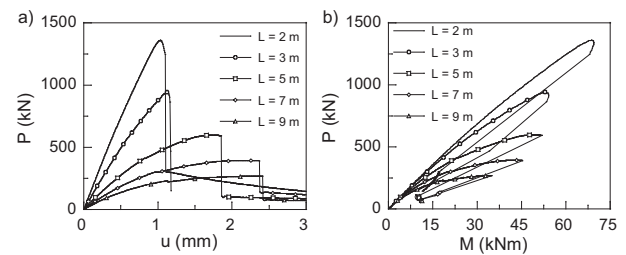


Figura 6: Influencia de la esbeltez: (a) Curvas $P-u$; (b) Diagramas $P-M$.

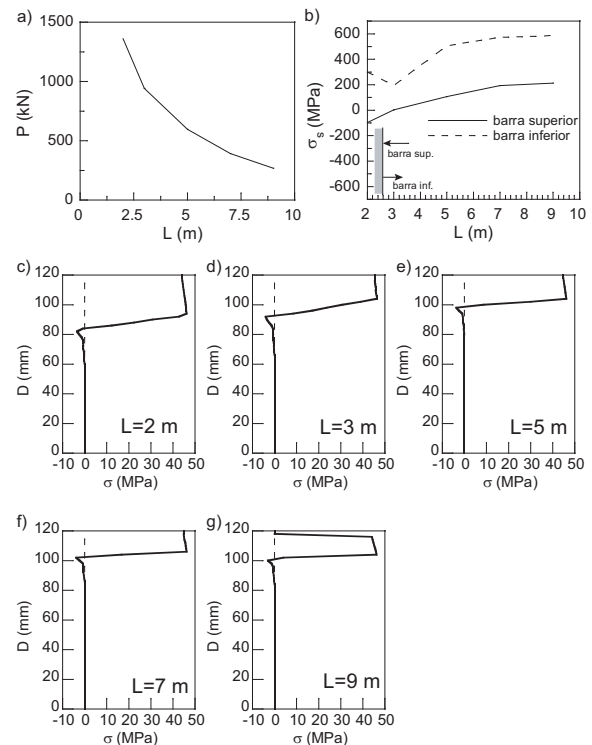


Figura 7: Influencia de la esbeltez: (a) Variación de la carga con la altura del panel; (b) Variación de las tensiones en las barras según la altura del panel. Perfil tensional para: (c) $L=2$ m; (d) $L=3$ m; (e) $L=5$ m; (f) $L=7$ m; (g) $L=9$ m.

La Figura 7a muestra un gráfico en el que se observa la variación de la carga en frente la altura del panel. La curva descrita sigue aproximadamente la trayectoria de una hipérbola, tal y como varía la carga de pandeo a través de la ecuación de pandeo de Euler. Al aumentar la esbeltez, el bloque comprimido se va haciendo más pequeño como se aprecia en los perfiles tensionales obtenidos con el modelo para la sección central del panel, véanse las Figuras 7c-g. La variación de las tensiones en las barras de acero al variar la esbeltez se muestra en la Figura 7b, observamos que la tensión aumenta al aumentar la esbeltez debido a que los desplazamientos son mayores, tal y como se observó en la Figura 6a. No obstante, para esbelteces muy bajas se observa que también existe un incremento de la tensión en la barra inferior, debido a que en esos casos la sección tiene una mayor capacidad de rotación, pudiéndose deformar transversalmente el elemento en mayor medida sin que pandee. Este hecho indica que para bajas excentricidades los efectos de segundo orden son menos importantes, como era de esperar.

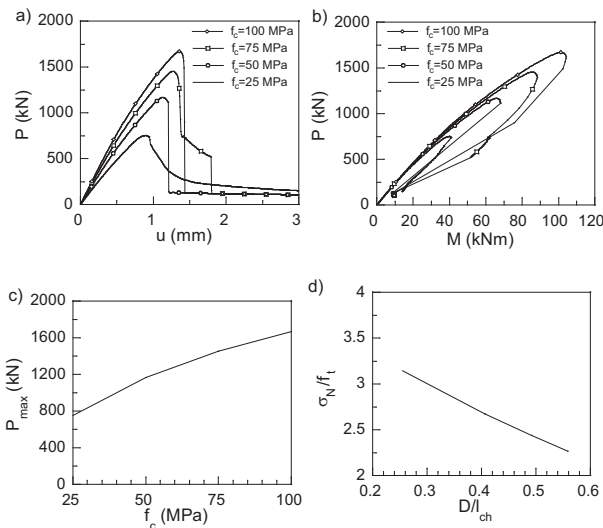


Figura 8: Influencia de la resistencia a compresión: (a) Curvas $P-u$; (b) Diagramas $P-M$; (c) Variación de la carga según la resistencia a compresión; (d) Efecto de escala al cambiar las propiedades de material.

6. EFECTO DE LA RESISTENCIA DEL HORMIGÓN

En esta sección estudiamos la variación de la resistencia a compresión del hormigón, f_c . También hemos variado el resto de propiedades, f_t , E_c y G_F , de forma coherente con la variación de la resistencia a compresión. Los valores de las propiedades se han obtenido a partir de las expresiones recogidas en el Código Modelo. Las resistencias a compresión para las que se ha modelado el panel son 25, 50, 75 y 100 MPa. El panel utilizado tiene la misma geometría que el utilizado en la sección 5. El porcentaje de armado se estableció en el 0.37 % por cara y la excentricidad inicial se ha mantenido constante e igual a

40 mm.

En la Figura 8a mostramos las curvas $P-u$ obtenidas. La carga de pandeo y el desplazamiento en carga máxima aumentan al aumentar la calidad del hormigón. La Figura 8b muestra las curvas carga-momento. Los máximos se sitúan aproximadamente en una línea recta que pasa por el origen. El incremento en la resistencia del hormigón no aumenta el carácter no lineal de las curvas $P-M$, efecto contrario al que se observó al variar la esbeltez. La variación de la carga de pandeo con la resistencia se muestra en la Figura 8c. La variación de la carga no es proporcional al aumento de la resistencia. Al pasar de un hormigón de una resistencia de 25 MPa a otro de 100 MPa se obtiene un aumento de un 100 % en la carga del panel (de 800 a 1600 kN aproximadamente).

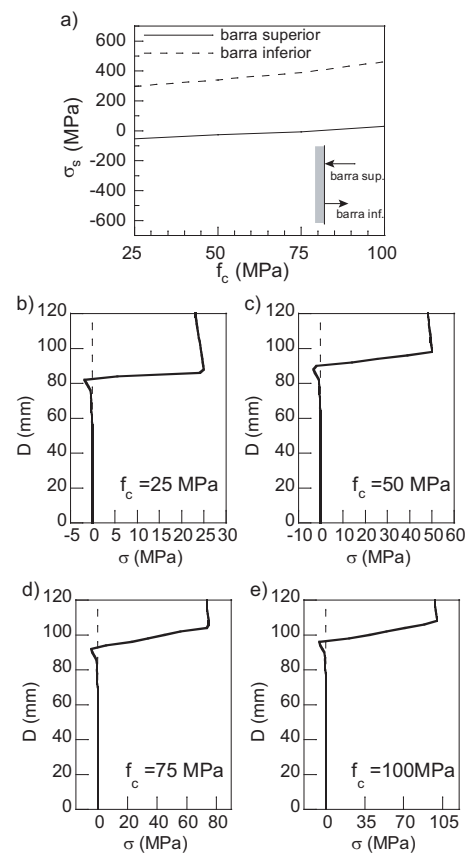


Figura 9: Influencia de la resistencia a compresión: (a) Variación de las tensiones en las barras. Perfil tensional para: (b) $f_c=25$ MPa; (c) $f_c=50$ MPa; (d) $f_c=75$ MPa; (e) $f_c=100$ MPa.

En la Figura 8d mostramos la tensión nominal adimensionalizada resistida por el panel en ordenadas y el tamaño del elemento relativo a las propiedades del material en abscisas. La tensión nominal es definida como $\sigma_N = \frac{P}{bD}$. Para adimensionalizarla se ha dividido por la resistencia a tracción f_t . El tamaño relativo viene dado por el denominado número de fragilidad de Hillerborg, β_H , que se expresa como el cociente entre el tamaño del elemento, representado en este caso por el canto D , y la longitud característica del material, ℓ_{ch} [5], que se calcula como

$$\ell_{ch} = \frac{E_c G_F}{f_t^2}.$$

En la Figura 8d observamos que la resistencia nominal adimensionalizada disminuye al aumentar el tamaño relativo. Este hecho indica la existencia de un efecto de escala en el comportamiento del panel relativo a las propiedades del hormigón. Para comprender mejor este efecto podemos observar los perfiles de tensiones normales mostrados en las Figuras 9b-e. El eje de abscisas ha sido escalado según la resistencia a compresión del hormigón. Al aumentar la resistencia del material el bloque comprimido es relativamente más pequeño, lo que indica que un panel ejecutado con un hormigón de alta resistencia tiene una carga en rotura mayor aunque, el aprovechamiento que se hace de la sección de hormigón es menor. La variación de tensión en las barras es mostrada en la Figura 9a. La tensión, tanto en la barra superior como en la inferior, crece al aumentar la resistencia debido a que la fibra neutra cada vez esta situada más cerca del borde superior. No obstante, el crecimiento de la misma no es muy significativo.

7. CONCLUSIONES

En el presente trabajo hemos presentado una metodología para modelar el comportamiento de paneles y pilares de hormigón y analizar su comportamiento a pandeo. Se ha tratado de dar una metodología practica y sencilla de implementar en programas de elementos finitos comerciales. El modelo reproduce el proceso de pérdida de rigidez del elemento durante el proceso de carga y tiene en cuenta el comportamiento no lineal de los materiales (hormigón, acero y adherencia hormigón-acero) y la inestabilidad geométrica. El modelo esta especialmente indicado para elementos con poca cuantía de armado (0-1 % por cara), ya que en estos la mayor parte del daño se localiza en la parte central del panel. No obstante, para elementos muy armados (2-4 % por cara) la contrastación con resultados experimentales han sido sensiblemente correcta.

Para modelar el comportamiento del hormigón en fractura se han simplificado todos los procesos de fractura a una única fisura situada en la parte central del elemento, a la que se la ha dotado de propiedades cohesivas para reproducir el comportamiento en tracción del hormigón. El modelo cohesivo se ha extrapolado, según la bibliografía consultada, para representar el comportamiento del hormigón en compresión. Los resultados obtenidos con el modelo se ajustan correctamente a los ensayos simulados. Por la forma de modelar el hormigón a partir de todas sus características, incluyendo los parámetros en fractura, el modelo es susceptible de ser utilizado para estudiar el comportamiento frente a pandeo de pilares y paneles fabricados con otros tipos de hormigones como hormigones con fibras, hormigones ligeros, de alta resistencia y otros materiales considerados quasifrágiles como fabricas de ladrillo o columnas de materiales pétreos, siempre que los materiales estén convenientemente caracterizados.

AGRADECIMIENTOS

Los autores expresan su agradecimiento a la empresa IN-DAGSA perteneciente al Grupo Ortiz por la financiación concedida para realizar esta investigación.

REFERENCIAS

- [1] Bažant, Z. P. and Cedolin, L., *Stability of Structures*. Dover, Mineola, New York. 2003
- [2] Bažant, Z. P. and Cedolin, L. and Tabbara M. R. New method of analyses for slender columns. *ACI Structural Journal*, 88(4):391–402, 1991.
- [3] Bažant, Z. P. and Xiang, Y. Inelastic buckling of concrete column in braced frame. *Journal of Structural Engineering*, 123(5):634–642, 1997.
- [4] Yalcin, C. and Saatcioglu, M. Inelastic analysis of reinforced concrete columns. *Computers and Structures*, 77(5):539–555, 2000.
- [5] Bažant, Z. P. and Planas, J. *Fracture Size Effect in Concrete and Other Quasibrittle Materials*. CRC Press, Boca Raton. 1998.
- [6] Carmona, J. R. *Study of Cracking Processes in Reinforced Concrete Structures*. Ph. D. Thesis, Universidad de Castilla-La Mancha. Ciudad Real. 2006.
- [7] Ministerio de Fomento, *EHE Instrucción del Hormigón Estructural*. Ministerio de Fomento. 1999.
- [8] Ruiz, G. and Carmona, J. R. and Cendón, D. A., Propagation of a cohesive crack through adherent reinforcement layers. *Computer Methods in Applied Mechanics and Engineering*, 195(52):7237–7248, 2006.
- [9] Ngo, D. and Scordelis, A. C., Finite element analysis of reinforced concrete beams. *ACI Journal Proceedings*, 64(3):152–163, 2005.
- [10] van Mier, J. G. M., *Strain-softening of Concrete Under Multiaxial Loading Conditions*. PhD thesis, Eindhoven University of Technology, Eindhoven, The Netherlands, 1984.
- [11] Hillerborg, A. Fracture mechanics concepts applied to moment capacity and rotational capacity of reinforced concrete beams. *Engineering Fracture Mechanics*, 35:233–240, 1990.
- [12] Bažant, Z. P. and Kwon, Y. W., Failure of slender and stocky reinforced concrete columns: test of size effect *Materials and Structures*, 27,79–90, 1994.

INFLUENCE OF THE LOADING RATE ON THE MEASUREMENT OF THE FRACTURE ENERGY OF A HIGH STRENGTH CONCRETE

G. Ruiz, X.X. Zhang, J.R. Del Viso, R.C. Yu, and J.R. Carmona

E.T.S. de Ingenieros de Caminos, Canales y Puertos, Universidad de Castilla-La Mancha
Avda. Camilo José Cela s/n,
13071 Ciudad Real, Spain
E-mail: Gonzalo.Ruiz@uclm.es

RESUMEN

Este estudio presenta los resultados de una reciente campaña experimental para estudiar la variación de G_F con la velocidad de carga en hormigón. Hemos ensayado veinte probetas prismáticas. La máquina de ensayos que hemos utilizado es una máquina servohidráulica y la velocidad de ensayo ha variado desde 1.74×10^{-5} mm/s hasta 17.4 mm/s. Los resultados muestran que el trabajo de fractura aumenta con la velocidad de carga en régimen dinámico, en régimen estático permanece constante. Hemos desarrollado un modelo analítico que tiene en cuenta la dependencia de la velocidad de ensayo con la resistencia del material. Está basado en un modelo cohesivo que contiene un término que depende de la velocidad de apertura de fisura. El modelo nos proporciona una expresión del trabajo de fractura que se ajusta muy bien a los datos experimentales obtenidos. Además, a partir de la expresión obtenida para calcular el trabajo de fractura, podemos obtener en condiciones estrictamente estáticas la energía de fractura del material que sólo entonces se debería considerar una propiedad intrínseca del material.

ABSTRACT

This paper presents very recent results of an experimental program aimed at disclosing the loading rate effect on the fracture behaviour of a high strength concrete. Twenty notched beams were tested using a hydraulic servo-controlled testing machine at five loading rates (loading point displacement rate), from 1.74×10^{-5} mm/s to 17.4 mm/s. The results show that the work of fracture increases with the loading rate and so it ceases to be a material property in dynamic loading conditions. An analytical model is developed to take into account the rate dependence of the material strength. It is based in a cohesive model endorsed with a viscous term dependent on the crack-opening rate. The model provides with an expression for the work of fracture that allows an excellent fitting of the experimental data. Furthermore, the fitting formula for the work of fracture gives the static specific fracture energy, which can really be considered a material property.

KEY WORDS: loading rate effects, fracture energy, high strength concrete

1. INTRODUCTION

High strength concrete (HSC) is very often used in modern complicated structures of considerable height and span, such as skyscrapers, high towers and large bridges. These are more vulnerable to damages caused by earthquakes, wind and blast loading owing to the fact that HSC is more brittle than normal strength concrete (NSC). Hence the dynamic fracture properties of HSC are more important than those of NSC with regard to safety assessment and the design of modern structures. Over the past few decades, researchers have mainly concentrated on the dynamic fracture behavior of NSC [1-11], and there have been different viewpoints concerning the effect of the loading rate (strain rate) on the fracture energy of concrete.

Some authors reported that the fracture energy increases with the loading rate [12,13]. Within the range of

loading rates from 10^{-7} MPa/s to 30 GPa/s the fracture energy of concrete (determined on the basis of experimental data in the form of a linearized stress vs. strain plot which does not include the softening branch) increases greatly by a factor of 6-8 times [13]. However, some others stated that the higher fracture energies obtained in dynamic loading experiments in comparison to quasi-static values are exclusively due to structural effects, for example inertia and geometry [14-16]. Toutlemonde [17] expressed the opinion that there is no point in attempting to determine the fracture energy of concrete in impact loading. However, Birkimer and Lindermann [18] put forward the idea that the fracture energy remains constant in tension from a quasi-static range up to a strain rate of 23/s. By contrast, tests performed later on concrete in Delft UT by Weerheijm [19] did not reveal an increase in the fracture energy of concrete with an increase in strain rates up to 10 GPa/s (about 0.3/s). This research contradicts the fact that the

tensile strength of concrete is rate dependent, since it is generally accepted that the fracture energy and the tensile strength rate sensitivity are related to each other. Moreover, Oh [8] used three-point bend specimens to measure fracture energy at different low loading rates (from 8.3×10^{-4} mm/s to 0.83 mm/s). The results show that the fracture energy and the nominal failure stress increase with the loading rate.

At high loading rates, in general greater than 1/s, linear changes in the fracture energy can be approximated, as it was shown by spall experiments performed with a Hopkinson bar [1-3]. Weerheijm et al. [1] reported that the fracture energy increases for loading rates greater than 10 GPa/s, the maximum enhancement factor of dynamic fracture energy compared with the static one is 2.5 at 1000 GPa/s, and the fracture energy increases due to more extensive micro-cracking than at slow rates. It may be noted that the loading rate effect on fracture energy is slight at low loading rates compared with the fracture energy variation at high loading rates [2]. This leads some authors to conclude that fracture energy is constant and rate independent [3,18,19]. For instance, the fracture energy increases approximately 47% when the loading rate varies from 8.3×10^{-4} mm/s to 0.83 mm/s [8]. At high loading velocities, achieved by spall experiments, the increase is of a factor of two to three compared with quasi-static experiments [3].

The contradictions raised by the above findings can partly be attributed to the inconsistency among the methods of loading and associated errors. It is well known that the internal damage pattern of concrete varies as the strength increases, namely, in general, cracks tend to extend around aggregates in NSC, whereas in HSC they usually go through them [20]. Thus, it is not appropriate to transfer knowledge of the fracture properties of NSC directly onto HSC. So far, compared with the extensive research into the static fracture behavior of HSC [21-36], much less information is available on its dynamic fracture behavior. For example, Schuler [37] measured the tensile strength and the fracture energy of High Performance Concrete (HPC) at high strain rates between 10 /s and 100 /s. A dynamic increase factor of 3 at a crack opening velocity of 1.7 m/s on the fracture energy was observed. Nevertheless, experimental data on the rate sensitivity of the fracture properties of HSC are very scarce. A need is felt for more research in this field that may throw light on the rate sensitivity of the fracture processes and on the causes that generate such sensitivity.

In order to gain additional insights into the loading rate effect on the fracture properties of HSC, in this paper we present three-point bending tests conducted at different loading rates. The results show that the fracture energy is approximately constant at low loading rates, and then increases at high loading rates. However, the peak load or the nominal failure stress constantly increases with the loading rate. This paper also provides a formulation for the rate-dependency of the fracture

energy and of the nominal failure stress. It is based on a very simple cohesive model with a viscous term. The model may be helpful when simulating such rate dependency numerically.

This paper is structured as follows: the experimental procedure is given in section 2, in section 3 the results are presented and discussed. Section 4 presents the theoretical model and the analysis of the experimental data made according to the model. Finally, some conclusions are drawn in section 5.

2. EXPERIMENTAL PROCEDURE

2.1. Material characterization

A single high strength concrete was used throughout the experiments, made with an andesite aggregate of 12 mm maximum size and ASTM type I cement. Micro-silica fume slurry and super-plasticizer (ACE 325, B225) were used in the concrete composition. The water to cement ratio, w/c, was fixed at 0.33. There was a strict control of the specimen-making process, to minimize scattering in test results. All of the specimens were cast in steel molds, vibrated by a vibrating table, wrap-cured for 24 hours, demolded, and stored for 4 weeks in a moist chamber at 20 and 98% relative humidity until they were tested. Compressive tests were conducted according to ASTM C39 and C469 on 75 mm \times 150 mm (diameter \times height) cylinders. Brazilian tests were also carried out using the same type of cylinders following the procedures recommended by ASTM C496. We made 8 cylinders, 4 for compression tests and 4 for splitting tests. Table 1 shows the characteristic mechanical parameters of the concrete determined in the various characterization and control tests.

Table 1. Mechanical properties of the high strength concrete

	f_c (MPa)	f_t (MPa)	E_c (GPa)
Mean	96.98	5.18	33.87
Std. Dev	5.91	0.44	1.20

2.2. Dynamic fracture tests

To investigate the effect of the loading rate on the fracture behavior of the high strength concrete, three-point bending tests on notched beams were carried out as sketched in Fig. 1. The dimensions of the test beams were 100 mm \times 100 mm ($B \times D$) in cross section, and 420 mm (L) in total length. The initial notch-depth ratio a/D was approximately 0.5, and the span (S) was fixed at 400 mm during the test.

With regard to the measuring method for the specific work of fracture, W_F , we followed the procedures devised by Elices, Guinea and Planas [38-41] for getting the specific fracture energy but changing the loading rate. The specific work of fracture is obtained as:

$$W_F = \frac{W_{exp} + W_{um}}{B(D-a)} \quad (1)$$

where W_{exp} is the area under the experimental load-displacement curve ($P_{exp}-\delta_{exp}$), and W_{um} is the unmeasured energy that corresponds to the portion of the ligament that is still unbroken when we stop the test. We calculate this by assuming that the crack propagation obeys a cohesive model, which leads to a hyperbolic tail in the $P-\delta$ curve when the displacement is very large and the ligament is very short [40,41]. Fig. 2 illustrates the process to obtain the complete fracture energy. δ_u and P_u correspond to the termination of the bending test. It should be noted that the kinetic energy of the specimen is very small and can be ignored compared with the fracture energy in our tests. Moreover, the amount of the unmeasured energy is approximately 10% of the measured one, further information can be seen in section 3. In order to get the complete failure information for the specimen, the weight compensation technique was adopted during the test. Namely, springs were used to hold the specimen all the time as shown in Fig. 1. The beam rests on two rigid-steel cylinders laid on two supports permitting rotation out of the plane of the beam and rolling along the beam's longitudinal axis with negligible friction. These supports roll on the upper surface of a very stiff beam fastened to the machine actuator. The load-point displacement is measured in relation to points over the supports on the upper surface of the beam.

Two LVDTs (linear variable differential transducers) fixed to the steel beam are used to measure the displacement between the loading rod and the steel beam. To load, a hydraulic servo-controlled test system was employed. The tests were performed in position-control. Five loading rates were applied during the test from static or quasi-static level (1.74×10^{-5} mm/s, 5.50×10^{-4} mm/s) to dynamic level (1.74×10^{-2} mm/s, 5.50×10^{-1} mm/s and 1.74×10^1 mm/s). Four specimens were used at each loading rate.

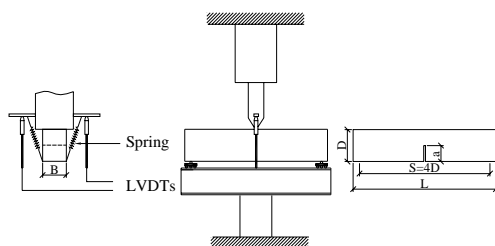


Figure 1. Experimental set-up for three-point bending tests on beams.

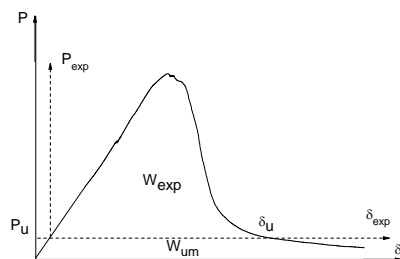


Figure 2. Determination of the fracture energy.

3. RESULTS AND DISCUSSION

Figure 3 shows the comparison of the typical load-displacement curves under different loading rates. It is obvious that the peak load increases with the increases in loading rates, while the critical deflection corresponding to the peak load almost remains constant. In regard to the stiffness of the beam, it shows a similar tendency at the peak load as at different loading rates.

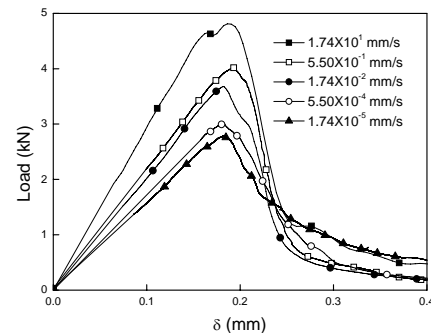


Figure 3. Comparison of the experimental load-displacement curves at different loading rates

Table 2. test results at different loading rates

Spec. No.	δ (mm/s)	B (mm)	D (mm)	a (mm)	W_{exp} (mJ)	W_{um} (mJ)	G_F (N/m)	P_{max} (kN)	σ_n (MPa)
1	1.74×10^1	101.0	100.0	51.0	1058.5	62.79	226.57	4.57	11.31
2		101.0	100.0	50.0	924.98	81.36	199.28	4.81	11.43
3		100.0	100.0	50.0	804.34	48.01	170.47	4.85	11.64
4		100.0	100.0	50.0	943.07	36.93	196.00	5.61	13.46
Mean	-	100.5	100.0	50.25	932.72	57.27	198.08	4.96	11.96
Std. Dev.	-	0.58	0	0.5	104.03	19.24	22.95	0.45	1.01
1	5.50×10^{-1}	101.0	100.0	52.0	700.73	47.31	154.30	3.87	9.98
2		101.0	100.0	51.0	780.04	63.49	170.44	3.82	9.45
3		100.0	100.0	49.0	675.43	48.90	142.03	4.02	9.27
4		101.0	100.0	51.0	708.99	53.02	153.97	3.60	8.91
Mean	-	100.75	100.0	50.75	716.30	53.18	155.19	3.83	9.40
Std. Dev.	-	0.5	0	1.26	44.83	7.28	11.66	0.17	0.45
1	1.74×10^{-2}	100.0	100.0	51.0	664.63	38.28	143.45	3.45	8.62
2		101.0	100.0	50.0	605.18	31.39	126.05	3.64	8.65
3		100.0	100.0	51.0	602.12	33.03	129.62	3.68	9.20
4		101.0	100.0	51.0	630.90	30.26	133.59	3.59	8.88
Mean	-	100.5	100.0	50.75	625.71	33.24	133.18	3.59	8.84
Std. Dev.	-	0.58	0	0.5	28.98	3.55	7.51	0.10	0.27
1	5.50×10^{-4}	101.0	100.0	51.0	574.03	37.89	123.64	3.65	9.03
2		101.0	100.0	51.0	577.70	38.99	124.61	3.00	7.42
3		101.0	100.0	51.0	618.31	45.99	134.23	3.15	7.79
4		101.0	100.0	50.0	572.39	34.58	120.19	2.98	7.08
Mean	-	101.0	100.0	50.75	585.61	39.36	125.67	3.20	7.83
Std. Dev.	-	0	0	0.5	21.91	4.80	6.02	0.31	0.85
1	1.74×10^{-5}	101.0	100.0	49.0	629.06	45.21	130.90	2.84	6.49
2		102.0	100.0	51.0	536.45	51.47	117.63	2.82	6.64
3		102.0	100.0	50.0	641.23	64.12	139.59	3.00	7.06
4		101.0	100.0	51.0	681.46	58.91	149.60	2.78	6.88
Mean	-	101.5	100.0	50.25	622.05	54.93	134.43	2.86	6.77
Std. Dev.	-	0.58	0	0.96	61.30	8.30	13.56	0.10	0.25

Table 2 shows detailed information from the experimental results, the final loading displacement δ_u was kept as 3.0 mm for all cases. P_{max} and W_F represent the peak load and the work of fracture, respectively. Note that we do not take W_F the same as the specific fracture energy G_F , since W_F in dynamic loading configuration ceases to be a material property, but it is

rather the average work consumed per unit area. The nominal failure stress, σ_n , can be calculated from the measured maximum load on the basis of the beam bending theory, at the notch root, it is as follows:

$$\sigma_n = \frac{3P_{\max}S}{2B(D-a)^2} \quad (2)$$

3.1. Peak load and work of fracture

Figure 4 represents the peak load and the work of fracture measured at various loading rates. The error bars cover the standard deviation of the mean value. Note that the peak load increases monotonically as the loading rate increases, whereas the work of fracture exhibits two different stages. First, W_F appears to be constant at low loading rates, then it increases at high loading rates. Note that the value of W_F at the lowest loading rate is slightly greater than that obtained for the two following loading rates. This contradicts what we would have expected, although it is clear that it can be simply attributed to experimental scatter. Another possible explanation to this effect may be found in the humidity interchange of the specimen with the environment in the laboratory, since the crack propagation time lasted around eight hours.

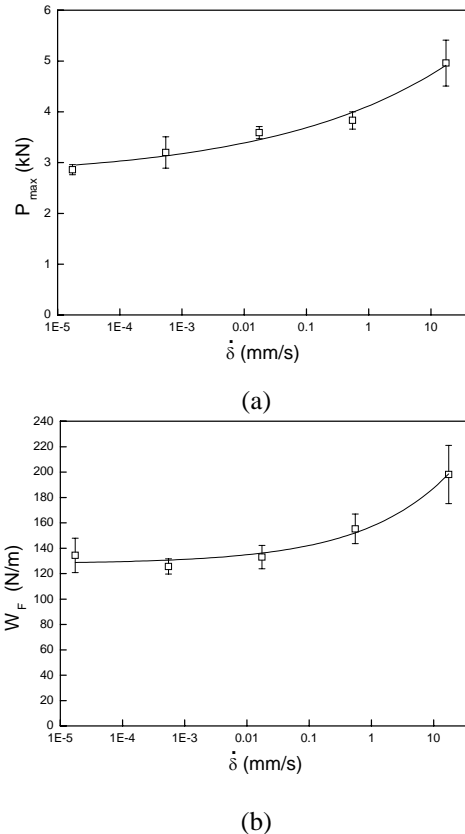


Figure 4: Experimental (a) peak load and (b) work of fracture at various loading rates and their fitting curves

3.2. Morphology of the crack surface

As we have described before, at high loading rates, from 1.74×10^{-2} mm/s and 17.4 mm/s, the peak load and the work of fracture show a similar tendency with the

loading rate. This could be explained by the increase in the generation of micro-cracks as the test velocity gets faster [2,42,43]. Namely, at high loading rates the mechanism of failure is characterized by the propagation of many micro-cracks at the same time, and also the micro-cracking does not have sufficient time to search for paths of minimum energy or lowest resistance. Thus, they are forced to propagate along the shortest path with higher resistances, this leads directly to the conclusion that the work of fracture and the peak load should increase as a function of the loading rate. The analysis mentioned above, is from the microscopical view. In our case and from the mesoscopical view, that is, considering what we see at the scale of the aggregates, very little difference can be found, and the main crack propagates through aggregates.

However, at low loading rates, from 1.74×10^{-5} mm/s and 1.74×10^{-2} mm/s, the tendency of the work of fracture and the nominal failure stress with the loading rate is different. The work of fracture is almost constant although the peak load continues to show an increasing relation with the loading rate. It may be that slower loading rates allow more water-related phenomena to occur, which will increase the amount of load at a given displacement. Such phenomena, like the movement of water through the network of pores of the bulk or the creation of new water surface as cracks advance, may explain the rate sensitivity that we find in our experiments. In the next section we are providing a validation for such hypothesis by analyzing the results of a theoretical model with a viscous component.

4. Model analysis

In order to take into account the strain rate effect observed in the experiments, we propose a linear-decreasing cohesive law with a viscous term in which the material tensile strength follows the relation:

$$f_t^d = f_t^s \left[1 + \left(\frac{\dot{\omega}}{\dot{\omega}_0} \right)^n \right] \quad (3)$$

Where f_t^s is the static tensile strength, f_t^d is the dynamic tensile strength, n is the index of rate dependence, which describes the degree of viscosity of the material, $\dot{\omega}$ is the crack opening velocity and $\dot{\omega}_0$ is a normalization parameter. The stress in the cohesive law is now related to the dynamic tensile strength f_t^d and thus to the crack opening velocity, which implies that the model is going to represent viscous effects due to the water present in the material. A similar rate-dependent cohesive law was proposed by Zhou et al. [45] for PMMA, with the difference that they kept the tensile strength as a constant and added the viscous term to the critical opening instead. As mentioned before, our tests show that the increase in the loading rate is followed by an increase in the load, specially in the peak load, but the displacement remain basically the same. Particularly, the displacement under the peak load

remains approximately constant irrespective to the loading rate (please, see Fig. 3), which leads us to think that the viscous term should only affect the stress axis in the cohesive law.

In a general case, as the loading rate $\dot{\delta}$ is not directly related to the crack opening velocity \dot{w} , the non-dimensional values for the maximum load and the work of fracture are expected to follow as:

$$P_{\max} / P_{\max}^s = 1 + m_1 \dot{\delta}^r \quad (4)$$

$$W_F / G_F^s = 1 + m_2 \dot{\delta}^s \quad (5)$$

where the parameters P_{\max}^s , G_F^s , m_1 , m_2 , exponents r and s are adjusting parameters and can be obtained through fitting experimental results. In Fig. 4 we plot the above equations applied to the test data shown in section 2, the six parameters are obtained as:

$$P_{\max}^s = 2.69 \text{ kN}, \quad m_1 = 0.53, \quad r = 0.16$$

$$G_F^s = 128 \text{ N/m}, \quad m_2 = 0.23, \quad s = 0.31$$

It is noteworthy that the fitting also gives the static values of the maximum load and the static value of the work of fracture. Let us emphasize that G_F^s can be considered a true material property since it represents the specific fracture energy that would be obtained in a static test.

5. Conclusions

The fracture behavior of a high strength concrete under dynamic loading conditions was investigated in this study. We performed a series of three-point-bending tests on notched specimens to determine the amount of work used to break the specimen. The analysis of the experimental load-displacement curves was done according to the methodology proposed by Elices, Guinea and Planas [38-41], which minimizes some sources of experimental errors. It also accounts for the energy that would be necessary to break the ligament completely, but cannot be actually measured. The loading rate varied from quasi-static level to a dynamic level, the order of magnitude varied from 10^{-5} mm/s to 10^1 mm/s.

The experimental results depend on the loading rate. The load-displacement curves reach bigger values of the load for higher loading rates, the displacement remaining basically the same, i.e. the curves are scaled in the load axis. Consequently, the maximum load increases with the loading rate within the interval of our study. The work of fracture starts to present a significant increase when the velocity of the displacement goes beyond 0.01 mm/s. The post-mortem analysis of the crack surface does not provide any evidence whatsoever of a different extent of micro-cracking for different loading rates, which could justify the rate sensitivity. On the contrary, we think that viscous effects due to the presence of water in the porous network of the concrete bulk may be responsible for the loading rate sensitivity described above.

In order to validate this hypothesis, we presented a theoretical model based on a viscous cohesive law. The cohesive stresses depend on the rate of the crack opening velocity, whereas the openings remain the same as in the static case. Under such conditions the expenditure of energy in the fracture process is not uniform along the crack path, since it depends on the crack opening velocity. This rate-dependent cohesive law is applied to a very simple case of two rigid half-beams united by a cohesive ligament and tested like our experimental beams. The model yields explicit expressions for the rate dependency of the peak load and of the specific work of fracture. The specific work of fracture in the presence of viscosity is just a ratio between the external work needed to propagate the crack and the area of the crack generated, but it is not anymore a property of the material. Expressions similar to the ones given by the model fit very well the experimental results. Particularly, the specific work of fracture for strictly static conditions can be derived from the set of experimental data. This value could be properly called a material property, the specific fracture energy, and only a methodology like the one followed in this paper can lead to obtain it. Nevertheless, according to our results, for small displacement velocities (below 0.01 mm/s for our concrete) the measured specific work of fracture is already very close to the strictly-static fracture energy.

ACKNOWLEDGMENTS

Funding from the *Ministerio de Educación y Ciencia*, Spain, under grants MAT 2003-00843 and MAT 2006-09105 and from the *Consejería de Educación y Ciencia*, JCCM, Spain, under grant PAI05-028, is gratefully acknowledged. Likewise, fruitful discussion on the manuscript with Prof. José Luiz Antunes, UNICAMP, Brazil and Prof. Jaime Planas, UPM, Spain, are also deeply appreciated.

REFERENCES

- [1] Weerheijm, J., and Van Doormaal, J. C. A. M., Tensile failure of concrete at high loading rates: New test data on strength and fracture energy from instrumented spalling tests. *International Journal of Impact Engineering*, **34**, pp. 609-626, 2007.
- [2] Brara, A., and Klepaczko, J. R., Fracture energy of concrete at high loading rates in tension. *International Journal of Impact Engineering*, **34**, pp. 424-435, 2007.
- [3] Schuler, H., Mayrhofer, C., and Thoma, K., Spall experiments for the measurement of the tensile strength and fracture energy of concrete at high strain rates. *International Journal of Impact Engineering*, **32**, pp. 1635-1650, 2006.
- [4] Bindiganavile, V., and Banthia, N., Size effects and the dynamic response of plain concrete. *Journal of Materials in Civil Engineering*, **18**, pp. 485-491, 2006.
- [5] Lu, Y., and Xu, K., Modelling of dynamic behaviour of concrete materials under blast loading. *International Journal of Solids and Structures*, **41**, pp. 131-143, 2004.
- [6] Yon, J.-H., Hawkins, N. M., and Kobayashi, A. S., Strain-rate sensitivity of concrete mechanical properties. *ACI Materials Journal*, **89**, pp. 146-153, 1992.
- [7] Reinhardt, H. W., and Weerheijm, J., Tensile fracture of concrete at high loading rates taking account of inertia and

- crack velocity effects. *International Journal of Fracture*, **51**, pp. 31-42, 1991.
- [8] Oh, B. H., Fracture-behavior of concrete under high-rates of loading. *Engineering Fracture Mechanics*, **35**, pp. 327-332, 1990.
- [9] Wittmann, F. H., Rokugo, K., Bruehwiler, E., Mihashi, H., and Simonin, P., Fracture energy and strain softening of concrete as determined by means of compact tension specimens. *Materials and Structures/Materiaux et Constructions*, **21**, pp. 21-32, 1988.
- [10] Wittmann, F. H., Roelfstra, P. E., Mihashi, H., Huang, Y.-Y., Zhang, X.-H., and Nomura, N., Influence of age of loading, water-cement ratio and rate of loading on fracture energy of concrete. *Materials and Structures/Materiaux et Constructions*, **20**, pp. 103-110, 1987.
- [11] Zielinski, A. J., Model for tensile fracture of concrete at high rates of loading. *Cement and Concrete Research*, **14**, pp. 215-224, 1984.
- [12] Körmeling, H., and Rheinhardt, H., Strain rate effects on steel fiber reinforced concrete in uniaxial tension. *Int J Cement Compos Light weight concrete*, **9**, pp. 197-204, 1987.
- [13] Zielinski, A., Fracture of concrete and mortar under uniaxial impact tensile loading, PhD Thesis, Delft University of Technology, 1982.
- [14] Ruiz, G., Pandolfi, A., and Ortiz, M., Three-dimensional cohesive modeling of dynamic mixed-mode fracture. *International Journal for Numerical Methods in Engineering*, **52**, pp. 97-120, 2001.
- [15] van Doormaal, J. C. A. M., Weerheijm, J., and Sluys, L. J., Experimental and numerical determination of the dynamic fracture energy of concrete. *Journal De Physique. IV : JP*, **4**, 1994.
- [16] Ruiz, G., Ortiz, M., and Pandolfi, A., Three-dimensional finite-element simulation of the dynamic brazilian tests on concrete cylinders. *International Journal for Numerical Methods in Engineering*, **48**, pp. 963-994, 2000.
- [17] Toutlemonde, F., Shock strength of concrete structures: From material behaviour to structure design, E.N.P.C., PhD thesis, Paris, 1994.
- [18] Birkimer, D., and Lindemann, R., Dynamic tensile test of concrete materials. *ACI Materials Journal*, **68**, pp. 47-49, 1971.
- [19] Weerheijm, J., *Concrete under impact tensile loading and lateral compression*. PhD Thesis, Delft University of Technology, 1992.
- [20] Zhang, D., and Wu, K., Fracture properties of high-strength concrete. *Journal of Materials in Civil Engineering*, **127**, pp. 86-88, 2001.
- [21] Yan, A., Wu, K. R., Zhang, D., and Yao, W., Effect of fracture path on the fracture energy of high-strength concrete. *Cement and Concrete Research*, **31**, pp. 1601-1606, 2001.
- [22] Einsfeld, R. A., and Velasco, M. S. L., Fracture parameters for high-performance concrete. *Cement and Concrete Research*, **36**, pp. 576-583, 2006.
- [23] Zhang, J., Liu, Q., and Wang, L., Effect of coarse aggregate size on relationship between stress and crack opening in normal and high strength concretes. *Journal of Materials Science and Technology*, **21**, pp. 691-700, 2005.
- [24] Sagar, R. V., Dinesh, S. V., and Santosh, A. C., Fracture energy of normal and hsc beams. *Indian Concrete Journal*, **79**, pp. 37-42, 2005.
- [25] Bharatkumar, B. H., Raghuprasad, B. K., Ramachandramurthy, D. S., Narayanan, R., and Gopalakrishnan, S., Effect of fly ash and slag on the fracture characteristics of high performance concrete. *Materials and Structures/Materiaux et Constructions*, **38**, pp. 63-72, 2005.
- [26] Chen, B., and Liu, J., Effect of aggregate on the fracture behavior of high strength concrete. *Construction and Building Materials*, **18**, pp. 585-590, 2004.
- [27] Appa Rao, G., and Raghu Prasad, B. K., Strength and fracture toughness of interface in high strength concrete. *Journal of Structural Engineering (Madras)*, **30**, pp. 153-161, 2003.
- [28] Wittmann, F. H., Crack formation and fracture energy of normal and high strength concrete. *Sadhana - Academy Proceedings in Engineering Sciences*, **27**, pp. 413-423, 2002.
- [29] Rao, G. A., and Prasad, B. K. R., Fracture energy and softening behavior of high-strength concrete. *Cement and Concrete Research*, **32**, pp. 247-252, 2002.
- [30] Wu, K. R., Chen, B., Yao, W., and Zhang, D., Effect of coarse aggregate type on mechanical properties of high-performance concrete. *Cement and Concrete Research*, **31**, pp. 1421-1425, 2001.
- [31] Dong, Z., and Keru, W., Fracture properties of high-strength concrete. *Journal of Materials in Civil Engineering*, **13**, pp. 86-88, 2001.
- [32] Darwin, D., Barham, S., Kozul, R., and Luan, S., Fracture energy of high-strength concrete. *ACI Materials Journal*, **98**, pp. 410-417, 2001.
- [33] Li, Q., and Ansari, F., High-strength concrete in uniaxial tension. *ACI Structural Journal*, **97**, pp. 49-57, 2000.
- [34] Gettu, R., Garcia-Álvarez, V. O., and Aguado, A., Effect of aging on the fracture characteristics and brittleness of a high-strength concrete. *Cement and Concrete Research*, **28**, pp. 349-355, 1998.
- [35] Marzouk, H., and Chen, Z. W., Fracture energy and tension properties of high-strength concrete. *Journal of Materials in Civil Engineering*, **7**, pp. 108-116, 1995.
- [36] Gettu, R., Bazant, Z. P., and Karr, M. E., Fracture properties and brittleness of high-strength concrete. *ACI Materials Journal*, **87**, pp. 608-618, 1990.
- [37] Schuler, H., and Hansson, H., Fracture behaviour of high performance concrete (hpc) investigated with a hopkinson-bar. *Journal De Physique. IV : JP*. 8th International Conference on Mechanical and Physical Behaviour of Materials under Dynamic Loading, pp. 1145-1151, 2006.
- [38] Guinea, G. V., Planas, J., and Elices, M., Measurement of the fracture energy using 3-point bend tests .1. Influence of experimental procedures. *Materials and Structures*, **25**, pp. 212-218, 1992.
- [39] Planas, J., Elices, M., and Guinea, G. V., Measurement of the fracture energy using 3-point bend tests .2. Influence of bulk energy-dissipation. *Materials and Structures*, **25**, pp. 305-312, 1992.
- [40] Elices, M., Guinea, G. V., and Planas, J., Measurement of the fracture energy using 3-point bend tests .3. Influence of cutting the p-delta tail. *Materials and Structures*, **25**, pp. 327-334, 1992.
- [41] Elices, M., Guinea, G. V., and Planas, J., On the measurement of concrete fracture energy using three-point bend tests. *Materials and Structures*, **30**, pp. 375-376, 1997.
- [42] Bischoff, P. H., and Perry, S. H., Compressive behaviour of concrete at high strain rates. *Materiaux et constructions*, **24**, pp. 425-450, 1991.
- [43] Vegt, I., Breugel, V. K., and Weerheijm, J., Failure mechanisms of concrete under impact loading. *Fracture Mechanics of Concrete and Concrete Structures*, pp. 579-587, 2007.
- [44] Mindess, S., Young, J. F., and Darwin, D., *Concrete*. Prentice Hall, Pearson Education, Inc. United States of America. United States of America, 2003.
- [45] Zhou, F., Molinari, J.F. and Shioya, T., A rate-dependent cohesive model for simulating dynamic crackpropagation in brittle materials, *Engineering Fracture Mechanics*, **72**, pp. 1383-1410, 2005.

DISEÑO DE VASIJAS A ALTA PRESIÓN (>6000 bar) MEDIANTE LA TÉCNICA DEL ENROLLAMIENTO

J.M. Alegre¹, P. Bravo¹, M. Preciado¹, M. Solaguren-Beascoa¹

¹Grupo de Integridad Estructural. Escuela Politécnica Superior. C/Villadiego s/n, 09001, Burgos
jalegre@ubu.es; pbravo@ubu.es; mpreciado@ubu.es; msolaguren@ubu.es

RESUMEN

Una de las técnicas más utilizadas actualmente en el diseño de vasijas a alta presión (>6000 bar) es el proceso del enrollamiento o *wire winding*. La técnica consiste en bobinar el cuerpo de la vasija con un fleje continuo de acero de alto límite elástico, consiguiendo con cada vuelta comprimir gradualmente el núcleo de la vasija. De esta forma se obtienen tensiones residuales de compresión en el interior de la vasija, que se encuentra en contacto con la presión, aumentando de esta forma la vida a fatiga de la instalación. Los actuales códigos de diseño, como el ASME (2007 Section VIII - Div 3) exigen el aseguramiento de la vasija ante situaciones como el colapso plástico de la misma. En particular, este código requiere que el cálculo sea mediante métodos numéricos para vasijas con un ratio entre diámetro exterior e interior mayor de 1.5. En este trabajo se presenta la metodología utilizada para la simulación del proceso de bobinado de una vasija de 6000 bar, para la industria alimentaria. Las soluciones analíticas disponibles en el campo elástico se usarán como base para calibrar el método de simulación desarrollado. Finalmente, se ha aplicado la metodología para obtener la carga de colapso plástico de la vasija y las recomendaciones para calcular la vida en fatiga, siguiendo los requerimientos del código ASME.

ABSTRACT

One of the most used technique for high pressure vessel design is (>6000 bar) the *wire-wound* technique. This technique consists on surrounding a flat wire made on high strength steel, obtaining to each layer progressively compressive stresses in the inner cylinder. In this way, the residual initial compressive stresses in the core of the vessel, which will be in contact with the internal pressure, increase the fatigue life of the installation. Present design codes, as the ASME code (2007 Section VIII - Division 3) include special design requirements as a margin against collapse load. In particular, this code requires that the analysis shall be conducted using numerical methods for cylindrical vessels that have diameter ratios greater than 1.5. In this work, a wire winding simulation methodology for the analysis of a vessel working at 6000 bar is presented. The simulation methodology has been validated with analytical solutions in linear elastic cases, obtaining very good agreement. Then, the plastic load has been obtained and then compared with the ASME code requirements.

Keywords: Wire-wound vessels, collapse load, high pressure processing.

1. INTRODUCCIÓN

La Pasteurización Hiperbárica (High Pressure Processing -HPP) es un método para el procesado de alimentos que consiste en someter a los mismos, previamente envasados en recipientes herméticos flexibles resistentes al agua, a un alto nivel de presión hidrostática (entre 4000 y 6000 bares) durante unos minutos. Presenta la ventaja, frente a otros procesos térmicos tradicionales, de reducir drásticamente la flora microbiana contaminante, destruir organismos patógenos (como listeria, salmonella, etc...), mejorando de esta forma la calidad sanitaria del producto y prolongando su vida útil. Además esta técnica mantiene intactas las características organolépticas y nutricionales de los productos tratados.

Desde el punto de vista del diseño, el elemento de mayor responsabilidad de un equipo HPP es la vasija de alta presión. Esta vasija requiere disponer de grandes dimensiones interiores (diámetro interior 300 mm y longitud 4500 mm) para convertirse en un equipo industrialmente rentable. Así mismo, debe ser fabricada con material inoxidable y resistir los ciclos de fatiga debidos al procesado (aproximadamente un ciclo cada 12 minutos entre 0-6000 bar de presión interior).

Para el diseño de la vasija se recurre a técnicas como el autozunchado [1] o el enrollamiento (*wire winding*) [2], con el objetivo de introducir tensiones iniciales de compresión en el interior de la misma, de tal forma que se aumente la vida en fatiga de la pieza.

Actualmente la técnica más utilizada es mediante el proceso de bobinado o enrollamiento, dado que permite alcanzar mayores presiones interiores y no se produce la plastificación de ningún componente a la hora de introducir tensiones residuales en el cilindro interior. De forma general, una vasija fabricada mediante este procedimiento está formada por tres capas fundamentales: (a) un *liner* o cilindro interior de pequeño espesor, que está en contacto con la presión y que puede ser sustituido en caso de rotura, (b) el *jacket* o cilindro intermedio que recibe junto al *liner* las tensiones de compresión del bobinado y, (c) el bobinado o *winding* mediante un fleje de altas propiedades mecánicas, que es traccionado y enrollado n vueltas alrededor del *jacket*. Con cada una de las vueltas del fleje se consigue comprimir tanto el *jacket* como el *liner*, obteniendo un conjunto final (sin presión) con tensiones iniciales de compresión en su interior y de tracción en el bobinado.

Evidentemente, la normativa aplicable para el diseño de este tipo de componentes debe ser exigente para asegurar la seguridad de la instalación. En particular el Código ASME, sección VIII - División 3, en su artículo KD-9 [2] establece los requerimientos para el diseño de vasijas consistentes en un cilindro interior pretensado por un bobinado exterior consistente en un mínimo de diez capas.

Dichos requerimientos hacen referencia a la necesidad de verificar el margen de seguridad frente a la carga de colapso plástico de la vasija, seguridad frente al daño acumulado por la deformación plástica y estimar la vida en fatiga bajo la presión de trabajo. Desafortunadamente, no existen soluciones analíticas para determinar carga de colapso plástico en las condiciones más generales de enrollamiento, y debe recurrirse a soluciones numéricas, como el método de los elementos finitos.

En este trabajo se presenta la metodología seguida para simular el proceso de enrollamiento, y posteriormente se aplicará para el cálculo de la carga de colapso plástico, y vida en fatiga de la pieza. Las soluciones analíticas disponibles en el campo elástico se usarán como base para calibrar el método de simulación desarrollado.

2. SOLUCIÓN ANALÍTICA

Las tensiones de compresión generadas en el interior de la vasija por el bobinado dependen principalmente de la tensión de bobinado $S_w(x)$, que puede ser diferente en cada vuelta de diámetro x . Las tensiones radial $\sigma_r(x_1)$ y circunferencial $\sigma_t(x_1)$ generadas por el bobinado en un diámetro x_1 de la vasija, vienen definidas por las siguientes expresiones [2]:

$$\sigma_r(x_1) = - \left[1 - \left(\frac{D_I}{x_1} \right)^2 \right] \int_{D_{if}}^{D_w} \left(\frac{x}{x^2 - D_I^2} S_w(x) \right) dx \quad (1)$$

$$\sigma_t(x_1) = - \left[1 + \left(\frac{D_I}{x_1} \right)^2 \right] \int_{D_{if}}^{D_w} \left(\frac{x}{x^2 - D_I^2} S_w(x) \right) dx \quad (2)$$

donde D_I es el diámetro interior, D_{if} es el diámetro de la interfase entre el cilindro y el bobinado, D_w es el diámetro exterior de la capa de bobinado actual.

Las correspondientes tensiones introducidas por el bobinado en un diámetro $x_2 (< D_w)$ del bobinado son:

$$\sigma_t(x_2) = S_w(x_2) - \left[1 + \left(\frac{D_I}{x_2} \right)^2 \right] \int_{x_2}^{D_w} \left(\frac{x}{x^2 - D_I^2} S_w(x) \right) dx \quad (3)$$

$$\sigma_r(x_2) = - \left[1 - \left(\frac{D_I}{x_2} \right)^2 \right] \int_{x_2}^{D_w} \left(\frac{x}{x^2 - D_I^2} S_w(x) \right) dx \quad (4)$$

Las ecuaciones anteriores son fáciles de integrar en el caso de un bobinado con tensión constante en todas las capas, y proporcionan las tensiones en cualquier instante del proceso de bobinado. Las tensiones finales después de todo el proceso de bobinado se obtienen sustituyendo $D_w = D_o$ en las integrales anteriores, siendo D_o el diámetro exterior después de finalizada la operación de bobinado. En la Figura 1 se presentan las diferentes dimensiones utilizadas en las expresiones anteriores.

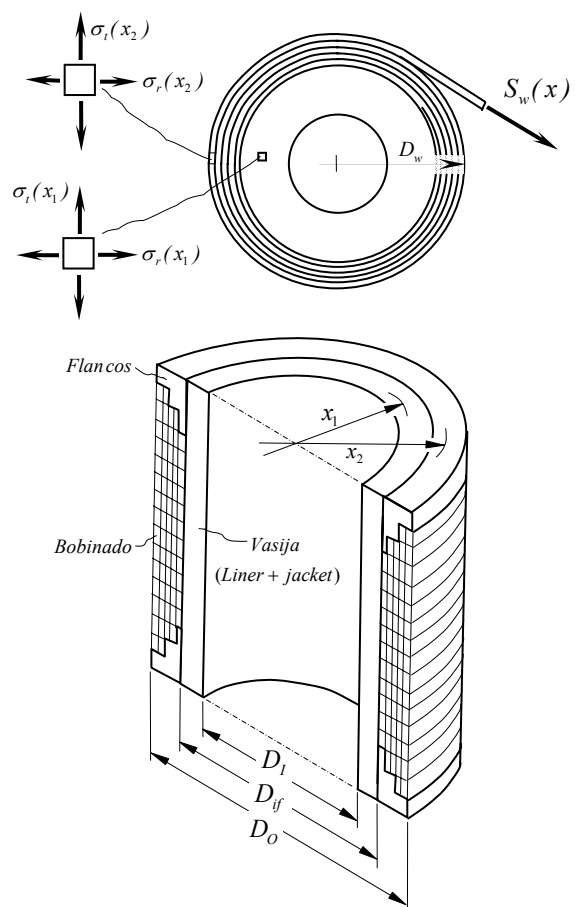


Figura 1. Nomenclatura para cilindros bobinados.

3. SIMULACIÓN NUMÉRICA DEL PROCESO DE BOBINADO

En la etapa de diseño de la vasija, la simulación del proceso de bobinado es fundamental para poder evaluar correctamente la carga de colapso plástico. Hay que tener en cuenta que el proceso de bobinado es un proceso continuo, y que cada nueva capa se bobina sobre el conjunto de capas ya bobinadas. En consecuencia, para la simulación de una capa de bobinado es necesario haber efectuado previamente la simulación de todas y cada una de las capas inferiores sobre la que se está bobinando la vuelta actual.

Para conseguir simular la tracción aplicada en cada una de las capas de bobinado $S_w(x_k)$ se sustituye el fleje continuo por cilindros de pequeño espesor sometidos a cargas térmicas equivalentes, que producen las mismas tensiones en la vasija interior y en el bobinado.

Para ello va a ser necesario resolver la hiperestaticidad entre el conjunto inferior y la capa actual de bobinado, tal y como aparece esquematizado en la Figura 2.

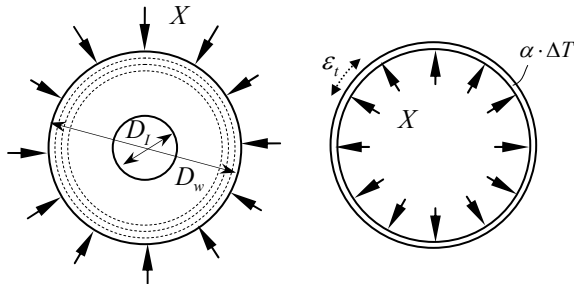


Figura 2. Hiperestaticidad entre la capa actual y el conjunto vasija-capas inferiores.

En esa situación, la variación del diámetro para la capa exterior, asumiendo pequeño espesor para el fleje, será:

$$\Delta D_w = \varepsilon_t \cdot D_w \approx \left(\frac{X \cdot D_w}{2tE} + \alpha \Delta T \right) \cdot D_w \quad (5)$$

La variación de diámetro para el conjunto inferior se determina a partir de la tensión en un cilindro de pared gruesa sometido a presión externa X , particularizadas en el diámetro exterior, que viene expresada como:

$$\sigma_t = -\frac{D_w^2 \cdot X}{D_w^2 - D_i^2} \left(1 + \frac{D_i^2}{D_w^2} \right); \quad \sigma_r = -X \quad (6)$$

por lo tanto la variación del diámetro común será,

$$\begin{aligned} \Delta D_w = \varepsilon_t \cdot D_w &= \left(-\frac{X}{E} \cdot \frac{D_w^2 + D_i^2}{D_w^2 - D_i^2} + \frac{\nu}{E} X \right) \cdot D_w \approx \\ &\approx \left(-\frac{X}{E} \cdot \frac{D_w^2 + D_i^2}{D_w^2 - D_i^2} \right) \cdot D_w \end{aligned} \quad (7)$$

Igualando las expresiones (5) y (7) obtenemos,

$$\left(\frac{X \cdot D_w}{2tE} + \alpha \Delta T \right) = \left(-\frac{X}{E} \cdot \frac{D_w^2 + D_i^2}{D_w^2 - D_i^2} \right) \quad (8)$$

Sabiendo que en la capa exterior se quiere que la tensión de tracción valga $S_w = X \cdot D_w / 2t$, y que esta tensión constituya el dato de entrada, se deduce de forma inmediata la temperatura necesaria en la capa exterior w , que da lugar a la tensión S_w es:

$$\alpha \Delta T_w(S_w) = -\frac{S_w}{E} \left[1 + \frac{2t}{D_w} \cdot \frac{D_w^2 + D_i^2}{D_w^2 - D_i^2} \right] \quad (9)$$

Una vez conocida la carga térmica equivalente para la capa exterior es necesario implementarlo para el proceso continuo de bobinado, dado que cada capa de bobinado se sitúa sobre un conjunto ya tensionado. A continuación se describe con detalle el procedimiento que se ha seguido para la simulación de este proceso:

1. Se crea la geometría de los cilindros interiores, liner y jacket, con las condiciones de interferencia que se establezcan en cada caso.
2. Se crea la geometría de la primera capa de bobinado, $k=1$, cuyo diámetro interior es el correspondiente al diámetro exterior del conjunto liner-jacket.
3. Se le aplica la temperatura $\alpha \Delta T_{k=1}(S_w)$ a la capa actual, y se resuelve numéricamente el conjunto.
4. Como consecuencia de la aplicación de la carga térmica equivalente el conjunto se deforma, como se observa en la Figura 3. Para tener en cuenta la variación del diámetro exterior debido a las capas que se van bobinando se obtiene la variación del diámetro exterior del conjunto bobinado, $\Delta D_{w,k=1}$.
5. Para la simulación de la siguiente capa, se introduce una variación térmica correspondiente a la tracción del fleje $\alpha \Delta T_{k=2}(S_w)$ más un incremento de temperatura adicional cuyo objetivo es compensar la deformación sufrida en el exterior por el bobinado de las capas anteriores, donde

$$(\alpha \Delta T)_{k=2,add} = \Delta D_{w,k=1} / x_{k=1} \quad (10)$$

En consecuencia, la carga térmica a aplicar en la segunda capa será,

$$\alpha \Delta T_{k=2,total} = \alpha \Delta T_{k=2}(S_w) + \alpha \Delta T_{k=2,add} \quad (11)$$

6. Se resuelve la segunda capa, y se repite el proceso de forma consecutiva para todas las capas.

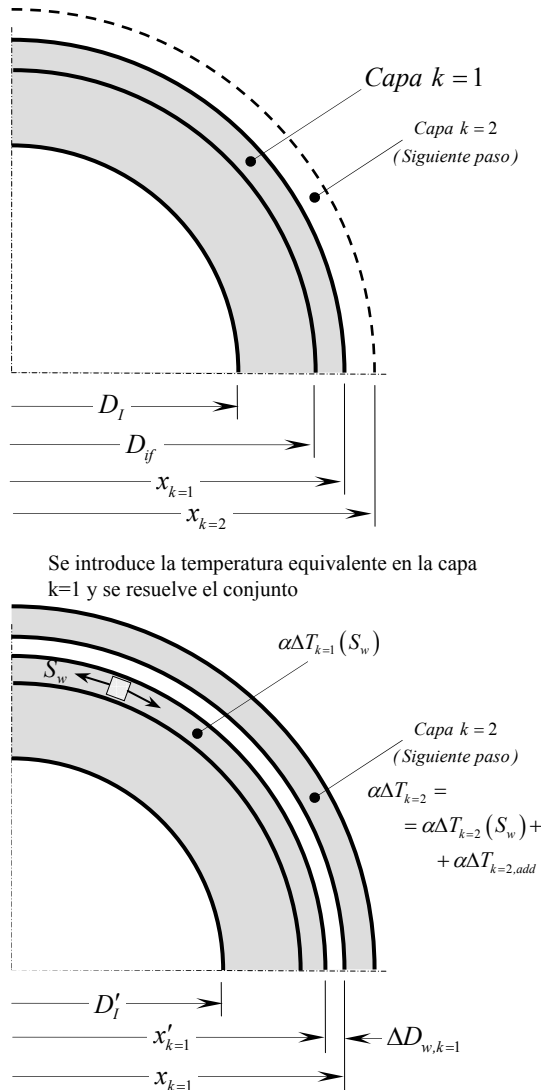


Figura 3. Esquema de la variación de temperatura en cada capa.

Con los planteamientos anteriores, la primera simulación efectuada va encaminada a la verificación del proceso comentado. Para ello, se ha efectuado una simulación del proceso de bobinado, considerando 20 capas de espesor $t=7.7$ mm, sobre una vasija de diámetro interior 300 mm y diámetro exterior 495 mm. La tensión de bobinado es constante durante todo el proceso, con un valor de 650 MPa.

La simulación se ha efectuado con el programa de elementos finitos ANSYS 9.0 [3], mallando con elementos cuadrangulares la vasija con 50 elementos en su espesor, y el bobinado con un elemento por cada capa. El tipo de elementos considerado ha sido el Plane182 de Ansys, y para los contactos se han utilizado los elementos Target169 y Conta175. El problema de validación es un problema plano axisimétrico.

En la Figura 4 se presenta el grado de exactitud obtenido con la metodología presentada, comparado con la solución analítica proporcionada por las expresiones (1) y (2) incluidas en el código ASME. Se incluyen en dicha

Figura 4. Tensiones iniciales en la vasija y enrollamiento. Comparación entre la solución numérica obtenida y la teórica propuesta por el código ASME.

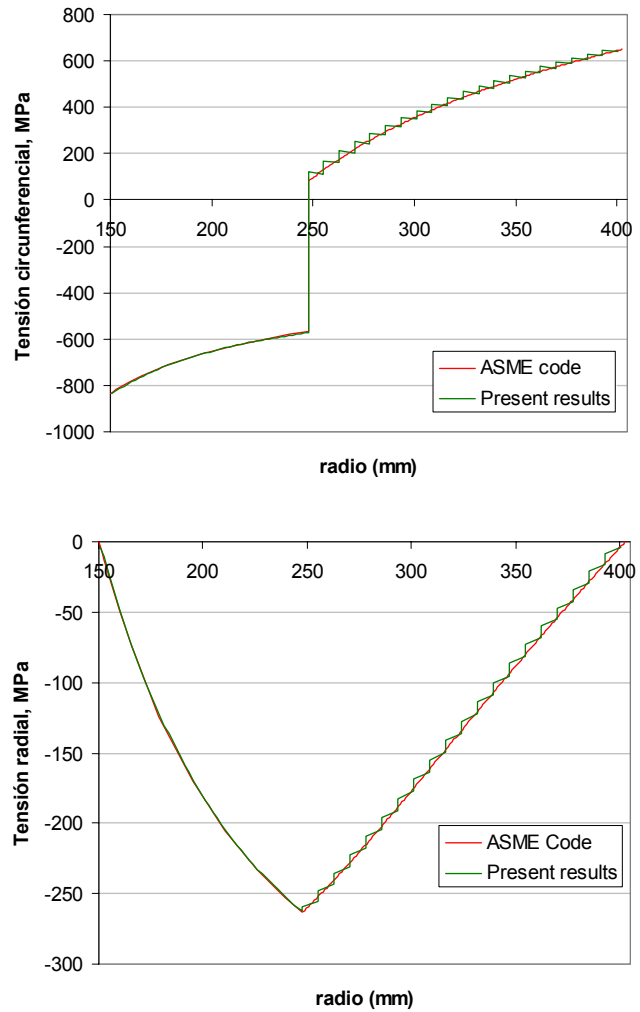


Figura 4. Tensiones iniciales en la vasija y enrollamiento. Comparación entre la solución numérica obtenida y la teórica propuesta por el código ASME.

Evidentemente, la técnica de bobinado no se efectúa con espesores de bobinado en la vasija tan altos como el presentado en el ejemplo de validación. Espesores en torno a 1 mm son más habituales, dado que se consiguen unas prestaciones del material más elevadas, además de reducir las tensiones adicionales de flexión debidas a la propia curvatura introducida en el fleje durante el proceso de enrollamiento. Dichas tensiones dependen del radio de curvatura de la capa correspondiente, $\rho = D_w / 2$, del espesor del fleje y del material, y toman el valor máximo y mínimo siguiente:

$$\sigma_{\max, \min}^M = \pm \frac{M}{I} \cdot \frac{t}{2} = \pm \frac{E}{\rho} \cdot \frac{t}{2} = \pm \frac{t}{D_w} E \quad (12)$$

Su valor no es nada despreciable. Por ejemplo, en el caso de utilizar un fleje de dimensiones $t = 1$ mm, y material con módulo de elasticidad $E = 190000$ MPa, en el caso

de la primera capa de bobinado, $D_w = 450 \text{ mm}$, la tensión de flexión será $\sigma_{max}^M = \pm 422 \text{ MPa}$ y en el caso de la última capa de bobinado donde $D_w = 805 \text{ mm}$ la tensión de flexión en el fleje será $\sigma_{max}^M = \pm 236 \text{ MPa}$. Estos valores hay que sumarlos a los presentados anteriormente.

4. TENSIONES BAJO LA CARGA DE TRABAJO

Consideremos una carga de trabajo para la vasija de 6000 bar. Aplicando la metodología presentada se ha resuelto el estado tensional bajo las condiciones de trabajo. En este caso nos encontramos todavía en un comportamiento elástico de la vasija, por lo que dichos valores deben coincidir a la suma del estado tensional inicial más el obtenido en un cilindro grueso sometido a presión interior. En la Figura 4 se presenta las tensiones radial y circunferencial en la vasija y enrollamiento bajo la presión de trabajo de la vasija. También se presenta la tensión equivalente de von Mises.

Se puede observar, que en las condiciones de presión interior todavía se mantiene la compresión en el interior de la vasija. También queda de manifiesto el elevado tensional que se genera en el enrollamiento, cuyo material debe poseer unas elevadas propiedades mecánicas.

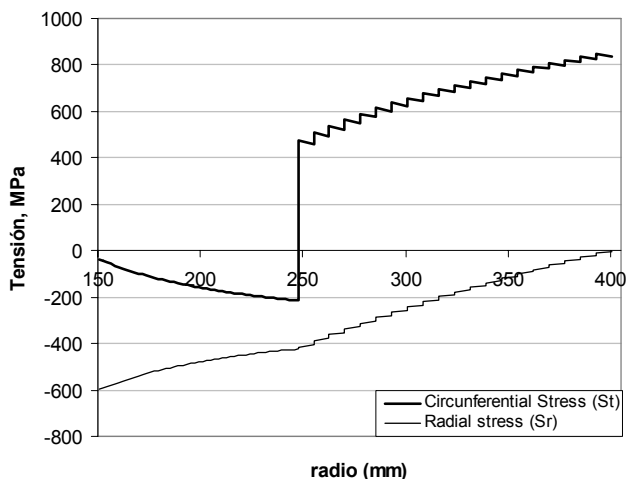


Figura 5. Tensiones radial y circunferencial en la vasija y enrollamiento bajo la carga de trabajo.

5. CÁLCULO DE LA CARGA DE COLAPSO PLÁSTICO

Para efectuar el cálculo de la carga de colapso plástico se ha efectuado un análisis por elementos finitos, utilizando el código ANSYS v.9.0, sobre el modelo validado presentado anteriormente.

El material de la vasija ha sido considerado como elástico perfectamente plástico, aunque en la rama plástica ha sido introducido un pequeño endurecimiento cinemático según un modelo bilineal, con un valor de módulo plástico $E_p = 100 \text{ MPa}$. Este pequeño valor de endurecimiento mejora la convergencia numérica en las últimas etapas del cálculo. Una vez finalizado el cálculo es necesario comprobar que la tensión equivalente de Von Mises no supera en ningún punto el 5% del valor del límite elástico, tal y como prescribe el código en su apartado KD-230. Los valores adoptados para el módulo de elasticidad del material de la vasija es $E = 190000 \text{ MPa}$, para el coeficiente de Poisson, $\nu = 0.3$ y el límite elástico del material de la vasija es $S_y = 1105 \text{ MPa}$. Para el material del bobinado se ha considerado el mismo módulo de elasticidad y coeficiente de Poisson, y un límite elástico de $S_{y,w} = 1730 \text{ MPa}$.

En estas condiciones, la presión de inicio de la plastificación es de 8950 bar, es decir 1.491 veces la presión de trabajo de 6000 bar, tal y como se presenta en la Figura 6. Para una presión de 12850 bar se produce la plastificación total de la vasija, instante en el que se considera que se ha alcanzado el colapso plástico. El código ASME establece que la vasija debe poseer un coeficiente de seguridad frente a la carga de colapso plástico mayor de 1.732, lo cual se satisface en este caso donde dicho coeficiente de seguridad es 2.14. Hay que destacar la necesidad de considerar las tensiones de flexión originadas durante el bobinado, que sumadas a las presentadas en la figura 4 proporcionan las tensiones totales en el bobinado. Considerando esas tensiones en el momento de la plastificación total de la vasija existen varias capas interiores de bobinado que han superado el límite de plastificación en sus fibras inferiores, tal y como se puede extraer de la figura 6.

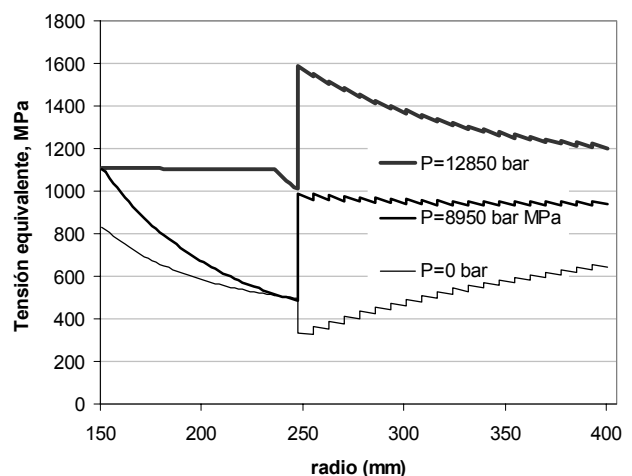


Figura 6. Tensión equivalente de Von Mises en la vasija y enrollamiento en las tres situaciones siguientes: (a) iniciales, sin presión, (b) inicio de la plastificación, y (c) plastificación total de la vasija.

6. EVALUACIÓN DE LA VIDA A FATIGA

Para la evaluación de la vida a fatiga de la vasija es necesario considerar por separado los dos tipos de fallo que se pueden presentar.

Por un lado, el fleje está sometido a elevadas tensiones de tracción en todas sus capas, como se observas en la Figura 7, y compresión en la dirección radial siendo creciente para las capas más interiores. Además hay que sumar las tensiones debidas a la flexión de las capas de bobinado. En consecuencia el estado tensional no es en modo alguno sencillo, y además es variable en todas las capas, como se desprende de las Figuras 7 y 8. En este caso se puede evaluar la vida en fatiga del material a partir de la realización de ensayos experimentales de tracción, considerando la carga uniaxial equivalente en diferentes capas del bobinado.

Por otro lado, en el interior de la vasija puede desarrollarse una fisura de tipo semielíptico. La presencia de una fisura en esta zona estará sometida al estado tensional calculado (Figura 7) y a la propia presión del fluido actuando en los planos de la fisura, aumentando el factor de intensidad de tensiones (FIT). En este caso es aconsejable realizar un estudio de propagación en base a la Mecánica de Fractura.

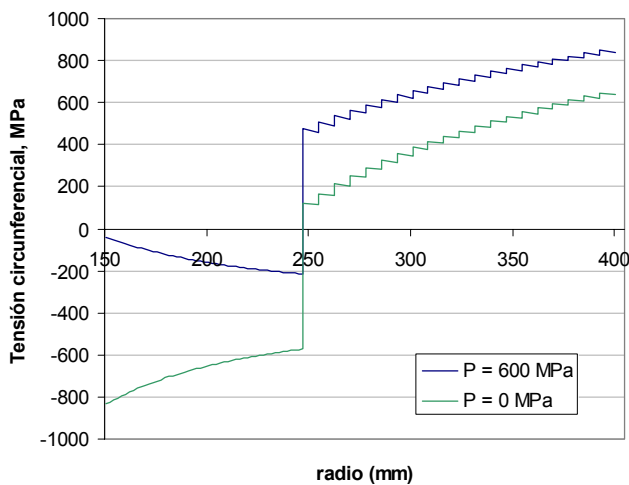


Figura 7. Tensiones circunferenciales en vasija y bobinado.

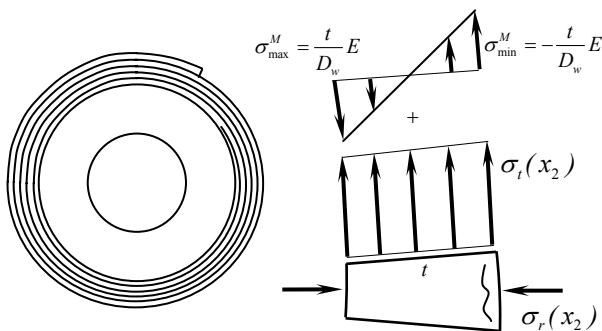


Figura 8. Tensiones circunferenciales en vasija y bobinado, mostrando la fibra más solicitada.

El método habitual, también recomendado por el código ASME, se basa en el ajuste la distribución tensional en el plano en el que se desarrollará la fisura (en la configuración sin fisurar), mediante una ecuación polinómica de cuarto orden.

$$\sigma_t = A_0 + A_1x + A_2x^2 + A_3x^3 \quad (13)$$

donde la coordenada x tiene su origen en el inicio de la fisura. El coeficiente A_0 debe incluir la suma de la presión interior actuante en los labios de la fisura. El factor de intensidad de tensiones de la fisura semielíptica (semiejes a y c), será [4]:

$$K_I = \sqrt{\frac{\pi a}{Q}} \cdot [G_0A_0 + G_1A_1a + G_2A_2a^2 + G_3A_3a^3] \quad (14)$$

donde los coeficientes G_j han sido resueltos por Newman y Raju [4] para varias dimensiones, y Q es la integral elíptica completa de segundo orden.

$$Q = 1 + 1.464 \left(\frac{a}{c} \right)^{1.65} \quad \text{para} \quad 0 \leq a/c \leq 1 \quad (15)$$

Con los valores obtenidos de K_I y los coeficientes de la ley de Paris se determina fácilmente la vida en fatiga de la vasija.

7. CONCLUSIONES

La metodología presentada permite el diseño de vasijas de alta presión realizadas según la técnica del enrollamiento. Mediante dicho procedimiento se pueden evaluar diferentes soluciones, tales como variar la tensión de bobinado de forma discontinua en las diferentes capas, considerar la diferencia entre módulos de elasticidad de los materiales de la vasija y enrollamiento, etc. Se puede determinar además la carga de colapso plástico de la vasija para cumplir los requerimientos del código ASME en este tipo de vasijas.

8. REFERENCIAS

- [1] J.M. Alegre, P.M. Bravo, M. Preciado: Fatigue behaviour of an autofrettaged high-pressure vessel for the food industry. *Engineering Failure Analysis* 14 (2), 396-407 (2007).
- [2] ASME Boiler and Pressure Vessel Code, Section VIII, Division 3: Alternative Rules for Construction of High Pressure Vessels ASME, Section VIII, Division 3 (2007).
- [3] ANSYS Inc. Release 9.0 Documentation (2006).
- [4] J.C. Newman Jr. and I.S. Raju, Stress intensity factor for internal and external surface cracks in cylindrical vessels, *J Press Vess Technol* 104 (1982), pp. 293–298

ANÁLISIS DE FALLO DEL EJE DEL REDUCTOR DE UN APARATO ELEVADOR

Cicero, S.^{*1,2}, Cicero, R.^{1,2}, Lacalle, R.^{1,2}, Díaz, G.², Ferreño, D.^{1,2}

(1) 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 las Castros s/n, 39005, Santander, Spain

(2) INESCO Ingenieros SL, CDTUC, Fase A, Mod.203, Av. de los Castros s/n, 39005, Santander, Spain

RESUMEN

Este trabajo analiza el fallo del eje de un reductor que forma parte de un aparato elevador, el cual ocurrió cuando en su interior transportaba tres personas. Afortunadamente los sistemas de seguridad del aparato funcionaron correctamente y no hubo daños personales, pero las autoridades competentes requieren un análisis de las causas de este tipo de incidentes. Dicho análisis se ha realizado utilizando el modulo de fatiga del procedimiento FITNET FFS y ha concluido que la principal causa del accidente fueron unas condiciones de trabajo inadecuadas (distintas a las previstas en el diseño).

ABSTRACT

This paper analyses the failure of a lift gear shaft, which happened when the lift was carrying three people. Fortunately, the safety systems worked and there were no serious injuries, but authorities required a research about the reasons of the accident. The analysis was performed by using the FITNET FFS fatigue module, and improper working conditions have been identified as the major cause of the accident.

ÁREAS TEMÁTICAS PROPUESTAS: Aplicaciones y Casos Prácticos en Ingeniería

PALABRAS CLAVE: Reductor, aparato elevador, eje, fatiga, FITNET FFS

1. INTRODUCCIÓN

El eje del reductor de un aparato elevador falló durante el funcionamiento de este último. A pesar de que no hubo daños personales debido al correcto funcionamiento de los sistemas de emergencia, las autoridades requieren un análisis de las causas de este tipo de incidentes con el objetivo de tomar las decisiones oportunas al respecto. Hasta ahora se han publicado algunos análisis de fallo de ejes de reductores (por ejemplo [1-3]) y las causas de fallo identificadas han sido generalmente sobrecargas excepcionales o problemas de fricción y “*fretting fatigue*”. En el caso analizado, no había ningún tipo de contactos entre la sección de rotura y cualquier otro componente.

El análisis realizado comenzó con la inspección de la superficie de rotura por técnicas de microscopía electrónica de barrido (*Scanning Electron Microscopy, SEM*), con objeto de determinar los mecanismos de fallo. Como consecuencia de este primer estudio, la investigación continuó con un análisis tensional por elementos finitos (EF) en el eje siniestrado y se completó con el análisis a fatiga del componente siguiendo el módulo de fatiga del procedimiento FITNET FFS [4].

2. GEOMETRÍA, MATERIAL Y CONDICIONES DE TRABAJO

La geometría del eje se muestra en la Figura 1. El material es un acero F-114 según especificación española [5], que se corresponde aproximadamente con el C50E en la EN 10132-3 [6]. Su composición química y principales propiedades mecánicas se muestran en la Tabla 1. Tanto el límite elástico como la tensión de rotura varían en función del tratamiento térmico recibido por el material. En el análisis se han tomado los valores mínimos en ambos casos, pero la influencia de este aspecto es mínima al tratarse de un

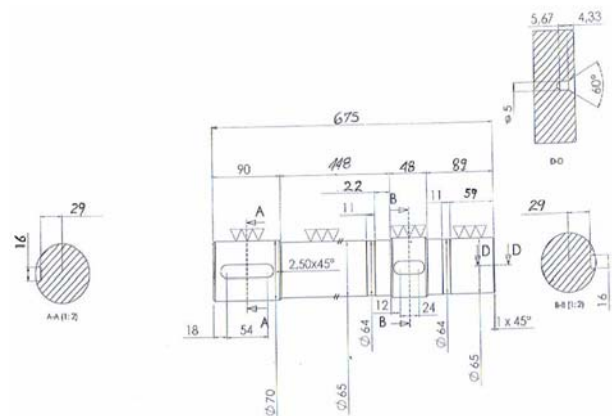
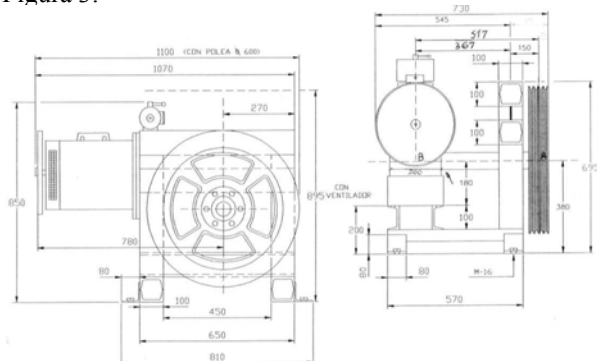


Figura 1. Geometría del eje analizado.

Tabla 1. Composición química y propiedades mecánicas del material.

Steel	%C	%Mn	%Si	%P	%S	σ_y (MPa)	σ_u (MPa)	E (GPa)
E-114	0.45	0.55	0.33	0.01	0.04	400-730	630-900	200

El eje forma parte del reductor del aparato elevador (Figura 2) y tiene función estructural, tal y como se aprecia en las condiciones de trabajo mostradas en la Figura 3.



3. Analysis of the fracture surface

Figura 2. Geometría del equipo reductor.

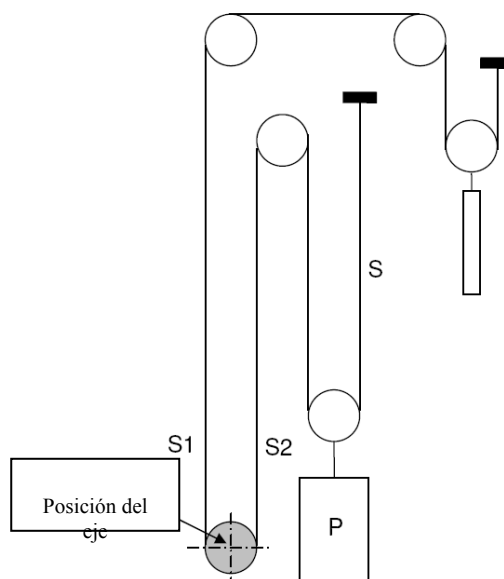


Figura 3. Esquema del sistema estructural.

3. ANÁLISIS DE LA SUPERFICIE DE FRACTURA

La Figura 4 muestra una vista general de la superficie de fractura. Ésta fue analizada por SEM con objeto de identificar los mecanismos de rotura. La figura recoge igualmente un esquema con las diferentes zonas que han sido identificadas:

- Zona A, localizada en el perímetro de la sección. Las líneas de playa encontradas en la misma evidencian un proceso de fatiga en la misma (Figura 5).

- Zona B, que comprende la mayor parte de la sección. En la misma se encontraron gran cantidad de clivajes (Figura 6), por lo que se concluye que se produjo un proceso de rotura frágil.

- Zona C, que se corresponde con un proceso de colapso plástico con formación, crecimiento y coalescencia de microhuecos, tal y como muestra la Figura 7.

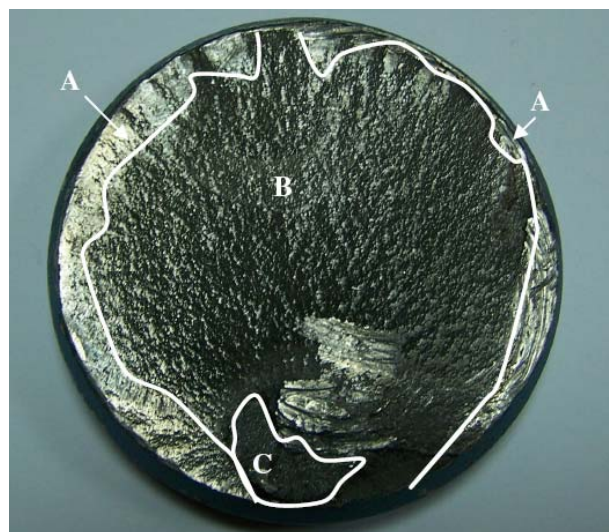


Figura 4. Aspecto de la superficie de fractura e identificación de las diferentes zonas observadas.

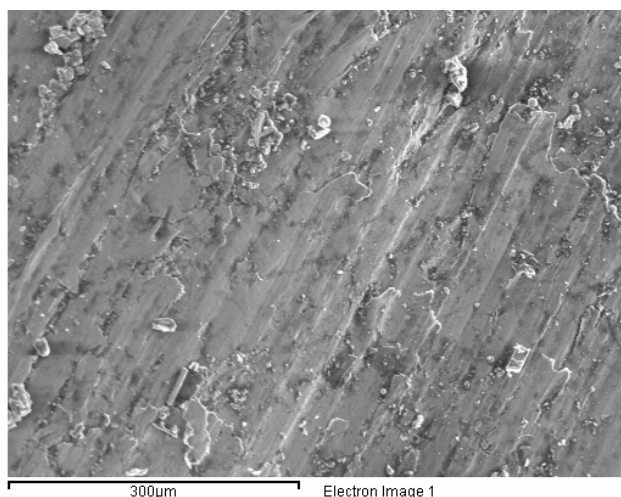


Figura 5. Líneas de playa observadas en la Zona A.

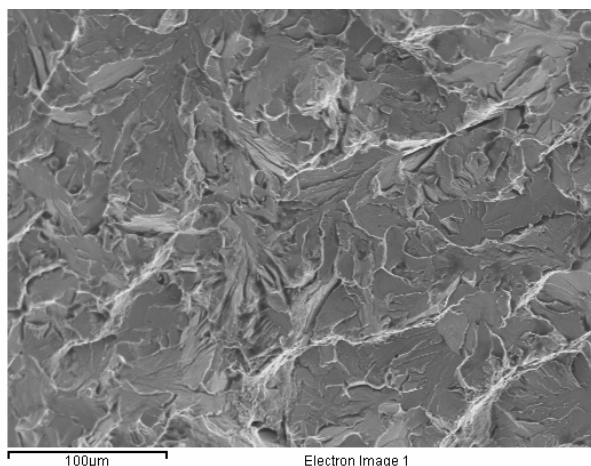


Figura 6. Clivajes observados en la zona B.

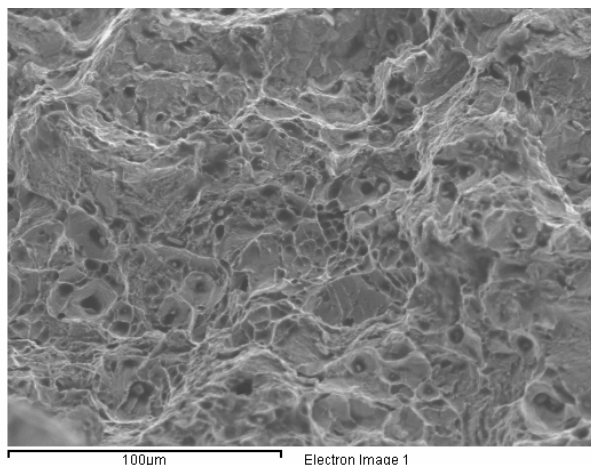


Figura 7. Microhuecos observados en la zona C.

En función de las observaciones anteriores, se concluye que la hipótesis más verosímil con respecto al proceso de fallo es la siguiente: la fisuración comenzó a lo largo del perímetro de la sección como consecuencia de un proceso de fatiga ocasionado por la variación tensional producida durante el funcionamiento del ascensor. Cuando la fisura alcanzó un tamaño crítico se produjo una propagación frágil seguida del colapso plástico del ligamento remanente final.

4. ANÁLISIS TENSIONAL

Los resultados obtenidos en el anterior apartado justifican el desarrollo de un análisis tensional que determine si la variación tensional existente en el eje justifica el desarrollo de un proceso de fisuración por fatiga en el mismo. Además, es necesario determinar las tensiones máximas a las que queda sometido el material para su comparación con las propiedades resistentes recogidas en la Tabla 1.

Las figuras 8 y 9 muestran el modelo de EF desarrollado para el análisis tensional. Las condiciones globales de trabajo se han mostrado en la Fig. 3. El peso de la cabina es de 28000 N cuando se encuentra vacía y de 34300 N cuando va a plena carga. Esta diferencia provoca una variación tensional, pero en términos de magnitud de esta última y de número de ciclos, la mayor fuente de fatiga es la propia rotación del eje sobre su eje longitudinal central. Igualmente, se han introducido las cargas transmitidas al eje por el propio redactor [6].

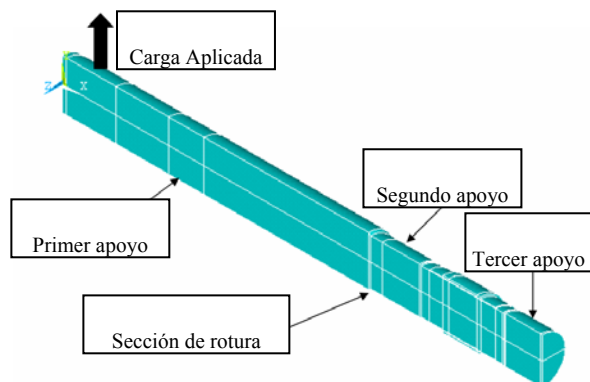


Figura 8. Modelo de EF utilizado para simular el eje.

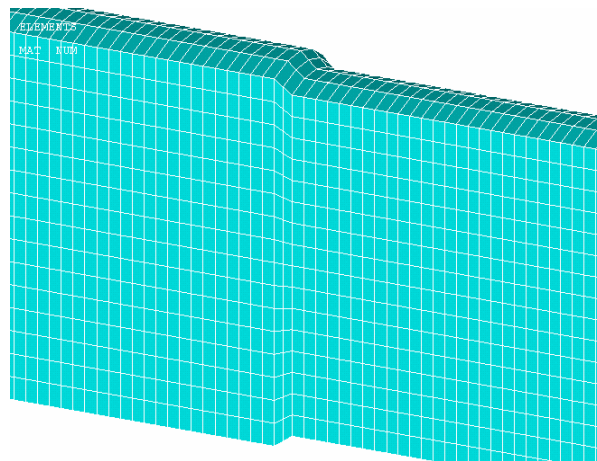


Figura 9. Mallado del modelo en la sección de rotura.

La máxima tracción resultante en el eje (perpendicular a la sección de rotura) ha sido de 32.7 MPa (ver Figura 10), lo cual representa menos del 10 % del límite inferior del límite elástico. La mayor compresión, localizada en el contacto local con el apoyo es de 132.9 MPa. Por lo tanto, el eje parece trabajar en condiciones seguras frente al agotamiento plástico de la sección. Es importante advertir que tales tensiones aparecen en un lugar alejado de la sección de rotura, junto al primer apoyo mostrado en la Figura 8, donde el eje se

encuentra en condiciones próximas al empotramiento. Las tensiones en la sección de rotura (ver Figura 11) varían apenas 5 MPa en condiciones de plena carga.

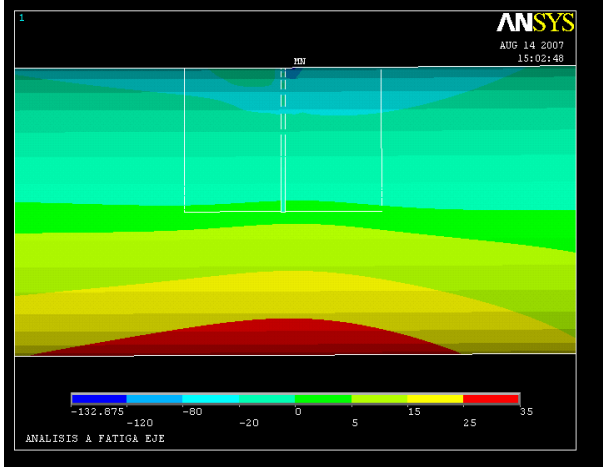


Figura 10. Estado tensional en el eje en plena carga (primer apoyo).

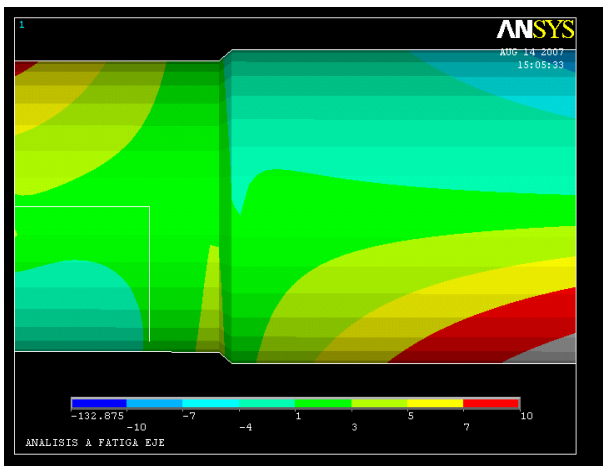


Figura 11. Estado tensional en la sección de rotura (plena carga).

5. ANÁLISIS A FATIGA MEDIANTE EL FITNET FFS

Para el análisis a fatiga del eje ha sido utilizado el procedimiento FITNET FFS [7]. Este documento proporciona un módulo de fatiga (capítulo 7) que divide el análisis de este fenómeno en cinco rutas diferentes, tal y como muestra la Figura 12. De forma más precisa, se ha seguido la Ruta 2 de dicho módulo (evaluación de daño en fatiga haciendo uso de la tensión de entalla o “notch stress”) para la estimación de la curva S-N del componente por medio de variables como el propio material, el tamaño del componente, el gradiente de tensiones, la rugosidad y la tensión media.

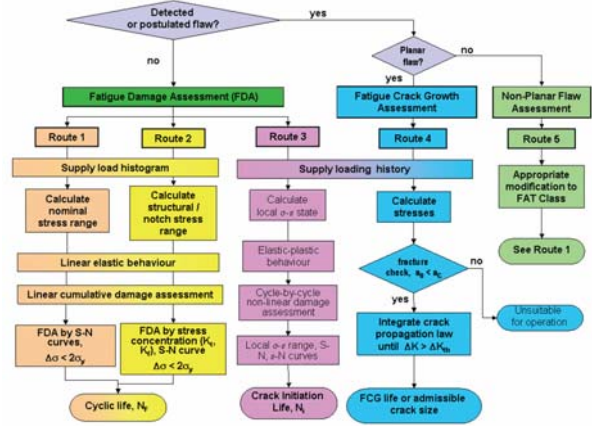


Figura 12. Rutas de evaluación de la fatiga según el FITNET FFS [4].

La Figura 13 muestra un esquema de la curva resultante, en la que se puede observar que queda totalmente definida por medio de σ_{AK} , la cual responde a la siguiente expresión:

$$\sigma_{AK} = f_{W,\sigma} R_m K_d n_\sigma K_{s,\sigma} K_{AK,\sigma} \quad (1)$$

en donde

- $f_{W,\sigma}$ es un factor de resistencia a fatiga proporcionado por el procedimiento y que depende del material.

- R_m es la tensión de rotura del material.

- K_d es un factor que tiene en cuenta el tamaño de la pieza y que depende del material y de una dimensión característica (d_{eff}) definida en el propio procedimiento.

- n_σ es un factor de entalla que depende del gradiente de tensiones, el cual se define como (σ_a es la amplitud de la variación tensional):

$$\chi_\sigma = - \frac{d\sigma_a}{dx} \bigg|_{x=0} \cdot \frac{1}{\sigma_{a(x=0)}} \quad (2)$$

- $K_{s,\sigma}$ es un factor de rugosidad que depende del material (según distintas relaciones proporcionadas por el procedimiento) y de la rugosidad superficial del componente, R_z , determinada según [8] ($R_z=2.8 \mu m$ en el eje analizado)

- $K_{AK,\sigma}$ es el factor de tensión media, definido a través del diagrama de Haigh mostrado en la Figura 14, en donde R_σ es la relación entre tensión mínima y máxima, σ_m es la tensión media y M_σ es la sensibilidad de esta última, definida como (3):

$$M_\sigma = a_M 10^{-3} R_m \text{ (MPa)} + b_M \quad (3)$$

a_M y b_M son constantes proporcionadas por el procedimiento que dependen exclusivamente del material. Finalmente, σ_{WK} sigue la siguiente expresión (4):

$$\sigma_{WK} = f_{W,\sigma} R_m K_d n_\sigma K_{s,\sigma} \quad (4)$$

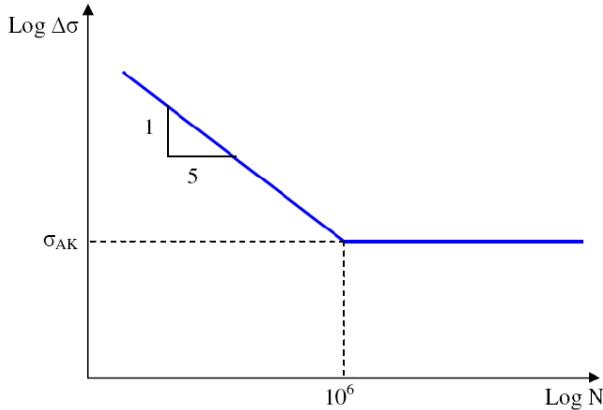


Figura 13. Esquema de las curvas S-N utilizadas en la Ruta 2 del módulo de fatiga del FITNET FFS.

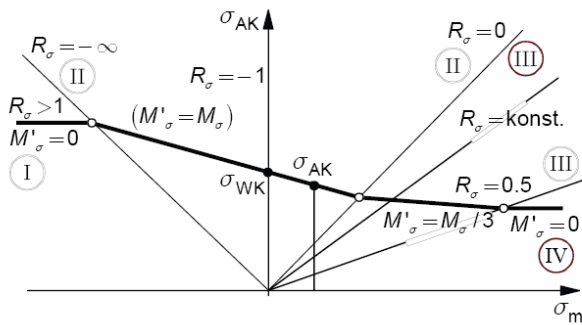


Figura 14. Diagrama de Haigh utilizado para la estimación de σ_{AK} [4].

Para el caso analizado, los valores resultantes de los diferentes factores se recogen en la Tabla 2, resultando un valor de σ_{AK} de 185 MPa. Por lo tanto, teniendo en cuenta la Figura 13 y los resultados del estado tensional obtenido por EF, se puede concluir que bajo las condiciones teóricas de trabajo del eje no debería haberse producido un proceso de fatiga, al estar la variación tensional en la sección de rotura muy por debajo del valor resultante de endurencia. Además, la sección de rotura no es la más crítica en términos de estado tensional por lo que, en caso de haberse producido algún fallo, debería haberse producido en la zona más solicitada mostrada en la Figura 10.

Tabla 2. Valores resultantes de los parámetros utilizados en la estimación de σ_{AK}

$f_{W,\sigma}$	R_m	K_d	n_σ	$K_{s,\sigma}$	$K_{AK,\sigma}$
0.4	620 MPa	0.969	0.947	0.818	0.996

El análisis realizado concluye que, por alguna razón, siempre que no haya habido algún defecto inicial (no se ha detectado ninguno) y que no se hayan dado problemas de fatiga por *fretting* (hipótesis descartada dadas las condiciones de trabajo del eje), la sección de rotura ha sido la más solicitada del eje. Para que esta situación pueda darse, el primer apoyo de la Figura 10 no debería trabajar o bien no debería hacerlo completamente, de tal manera que la sección de rotura podría llegar a estar prácticamente empotrada (Figura 15). Esto puede ocurrir cuando los tornillos que fijan el soporte con rodamientos mostrado en la Figura 16 están desenroscados. En tales circunstancias, la variación tensional en la sección de rotura a plena carga resulta 203.6 MPa (Fig. 17), lo cual produciría el fallo en aproximadamente 978000 ciclos.

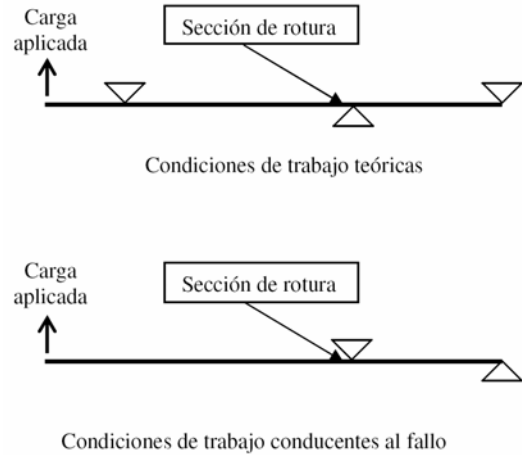


Figura 15. Comparación entre las condiciones de trabajo teóricas del eje y las condiciones de trabajo que dieron lugar al fallo.

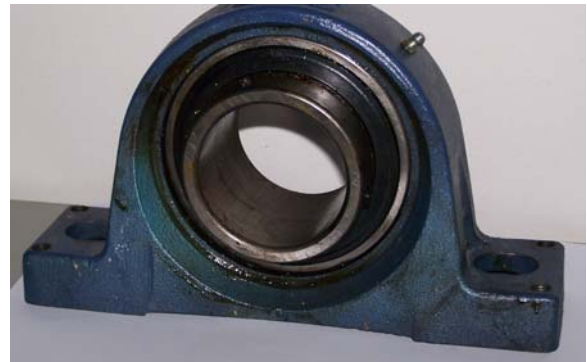


Figura 16. Sistema de rodamientos que actúa como primer soporte.

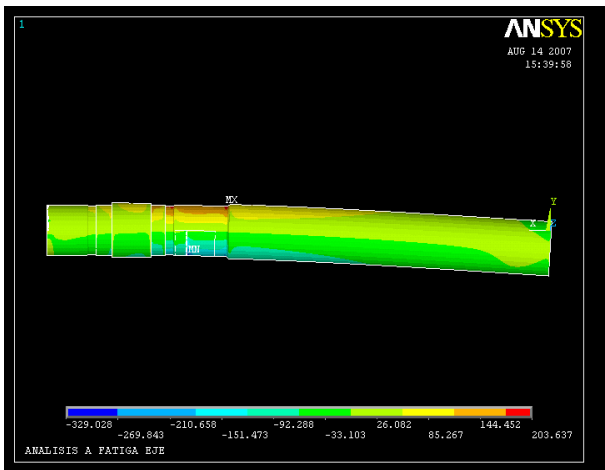


Figura 17. Estado tensional en el eje a plena carga cuando el primer apoyo no trabaja.

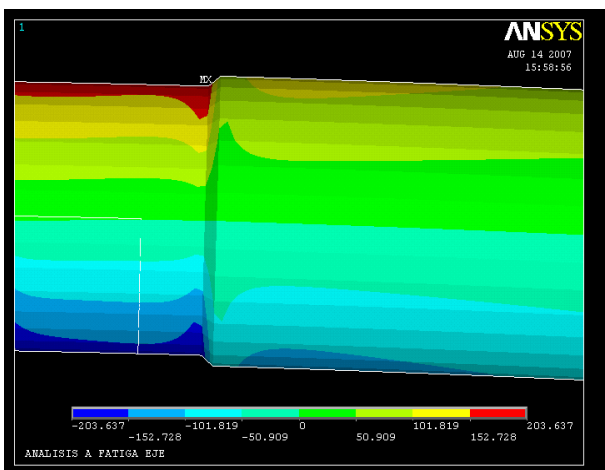


Figura 18. Estado tensional en la sección de rotura (plena carga) cuando el primer apoyo no trabaja.

6. CONCLUSIONES

Se ha analizado el fallo del eje del reductor de un aparato elevador. En primer lugar, se ha identificado un proceso de fatiga como la causa inicial desencadenante de la rotura final. Por lo tanto, y junto con un estudio tensional por EF, se ha realizado un análisis a fatiga siguiendo el módulo de fatiga del procedimiento FITNET FFS que ha concluido que, bajo las condiciones de trabajo teóricas, no deberían haberse producido problemas de fatiga en la sección de rotura. Además, se ha comprobado que dicha sección no debería haber sido la más solicitada.

La hipótesis que explica tanto el proceso de fatiga en la sección de rotura como el hecho de que dicha sección haya sido la más solicitada, es que las condiciones estructurales del eje no hayan sido las apropiadas (es decir, las especificadas en el diseño), y que el denominado primer soporte haya perdido su sujeción (o

parte de ella). Así, se produce una redistribución tensional que aumenta drásticamente las tensiones en la sección de rotura, convirtiéndola en la más solicitada y alcanzando variaciones tensionales que justifican el desarrollo de procesos de fatiga.

7. REFERENCIAS

- [1] Xu, X., Yu, Z., and Ding, H., Failure analysis of a diesel engine gear shaft, *Engineering Failure Analysis*, Volume 13, Issue 8, December 2006, Pages 1351-1357
- [2] Ping, J.J., and Guang, M., Investigation on the failure of the gear shaft connected to extruder, *Engineering Failure Analysis*, In Press, Corrected Proof, Available online 26 January 2007
- [3] Truman, C.E., and Booker, J.D., Analysis of a shrink-fit failure on a gear hub/shaft assembly, *Engineering Failure Analysis*, Volume 14, Issue 4, June 2007, Pages 557-572
- [4] FITNET FFS Procedure (Draft MK8), Prepared by European Fitness for Service Thematic Network, contract GIRT-CT-2001-05071, 5th European Framework, 2006
- [5] UNE 36011:1975, Aceros no aleados para temple y revenido
- [6] EN 10132-3: 2000, Cold rolled narrow steel strip for heat treatment. Technical delivery conditions. Steels for quenching and tempering
- [7] Machine elements in mechanical design (4th Edition), Robert L. Mott, Ed. Prentice Hall, 2003
- [8] DIN 4768 1990-5, Ermittlung der Rauigkeitskenngrößen Ra, Rz, Rmax mit elektrischen Tastschnittgeräten; Begriffe, Meßbedingung en. Beuth-Verlag, Berlin

EDITORIAL	◆
CONFERENCIAS INVITADAS	◆
FRACTURA DE MATERIALES BIOLÓGICOS Y BIOMATERIALES	◆
FRACTURA DE MATERIALES CERÁMICOS Y PÉTREOS	◆
FRACTURA DE MATERIALES METÁLICOS	◆
FRACTURA DE MATERIALES POLÍMEROS	◆
FATIGA E INTERACCIÓN CON EL MEDIO AMBIENTE	◆
MÉTODOS ANALÍTICOS Y NUMÉRICOS	◆
SEGURIDAD Y DURABILIDAD DE ESTRUCTURAS	◆
TÉCNICAS EXPERIMENTALES	◆
APLICACIONES Y CASOS PRÁCTICOS EN INGENIERÍA	◆
ÍNDICE TEMÁTICO	◆
ÍNDICE DE AUTORES	◆

ÍNDICE TEMÁTICO

(En la contraportada del volumen II se encuentra un CD)

	Páginas						
Ab-initio	451			Cloruros y carbonatación	575		
Absorción de energía	211			Coefficiente de dilatación	17	85	
Aceros	127	139	151	Columnas	617		
	157	163	169	Compatibilizantes	736		
	193	199	217	Comportamiento termomecánico	61	145	234
	248	331	343		474		
	355	361	367	Compresión después de impacto	427		
	391	421	451	Condiciones umbrales	349		
	605	649	660	Constricción	522	781	
	695			Contacto caras de grieta	516		
Ácidos orgánicos	635			Copolímeros	281	317	748
Adaptación de mallas	433			Corrosión	193	205	605
Adhesivos	311	701			611	623	649
AFM	649			CR-39	269	510	
Age hardening	234			Crack band	299		
Aleaciones de bajo coste	181			Crack blunting—re-sharpening	536		
Mg	234			Cristalinidad	263		
polímeros	748			CTOA (<i>Crack Tip Opening Angle</i>)	223		
Ti	29	35	175	Cuasicontinuo	468		
W	145			Curado	629		
Alta temperatura	61	593		Curva E-N	530		
Aluminio y aleaciones de	373	409	415	Curva-R	73	79	229
Ambientes agresivos	343	641			281	317	
Análisis dinamo-mecánico	385	397		Curvas S-N	367		
Ancho variable	119			Daño / microdaño	248	293	331
Ángulo de desfase	397			Deformación	671		
Ángulo de hilera	325			finita	536		
Anisotropía	169			gradiente de	542		
Aparato elevador	805			velocidad de	127	611	683
Armaduras	199	205	367		695		
	593			Delaminación	299	560	
Ateroma, placa de	17			Desarrollo de Williams	522		
Bajo módulo elástico	29			Desgaste	421		
Barra Hopkinson	3	683		Deterioro	629		
Bicapas	102			Diagrama de fallo	238		
Bioadhesión	47			Dilatancia	107		
Bioetanol	193			Dinámica	439		
Biomimética	41			Dinámica molecular	474		
Bypass coronario	11			Discontinuidades fuertes	498		
CAI	427			Diseño de experimentos	492		
Cálculo de tensiones	385			Dislocaciones	463		
Caracterización del material	11	492		Dispersión	593		
Carbono	474			DMMB	701		
Carga de colapso	799			Doble torsión	73		
Carril	151			Durabilidad	575	581	599
Cementos alcalinos	61				629	635	113
Cenizas Volantes	61	575	641	Dureza Vickers	85		
Ciclos hielo-deshielo	587			EBSD	163		
Cilindro fisurado	724			Ecuación constitutiva	683		
Circona	85			de Paris	391		
Clivaje	163			Efecto de forma	667	719	
				tamaño	667	719	

	velocidad de carga	793					Fricción	605		
Eje		805					Galvanización	480		
<i>Elastic mismatch</i>		102					Gancho	133		
Elementos junta		107					<i>Glare</i>	775		
	compresivos	617					Granallado	415		
	de contorno	439	566				<i>GRC</i>	367		
	de interface	433					Grieta, camino de	67		
	finitos	113	229	305			cierre de (y método)	379		
		403	498	504			circular	409	536	560
		623					de interfase	480		
Emisividad		683					iniciación	480		
Encapsulado		311					pequeña, crecimiento de	379	548	
Energía de fractura		119	793				propagación	349		
Ensayo de impacto Charpy		257						102	409	548
Entalla		238	457					724		
Envejecimiento		67	287	775			propagación subcrítica	73		
Error de discretización		504					redondeo de extremo de	611		
Estructuras inteligentes		707					Hidrógeno	337		
	jerárquicas	47					Hielo/deshielo	629		
	pretensadas	599					<i>High pressure processing</i>	799		
Extrusión reactiva		275					Higroscopía	287		
Factor de intensidad de tensiones		504					<i>HIP</i>	145	175	
Factor R		331					<i>Hole-drilling method</i>	403		
Fallo		769					Hormigón	119	205	575
	criterio de	211	217					581	629	655
Fatiga		151	349	355				667	719	787
		367	373	385				793		
		391	397	415			Humo de sílice	641		
		536	730	805			Impacto	510	655	
	axial y torsional	660					-indentación	305		
	de bajo número de						Incertidumbre	671		
	ciclos	530					Integral J	486		
	en entallas	548					Integridad Estructural	238	707	
	multiaxial	361					Interfaz débil	566		
	por contacto	139					Interferometría <i>speckle</i>	355		
	por fretting	516	554				<i>LEFM</i>	269		
	resistencia a	379					Lentes oftálmicas	269		
Fibras cortas reforzantes		742					<i>Low cycle model</i>	530		
	de seda	41					Maclas	127	163	
Fisura (grieta)		238					Magnetoelectroelasticidad	445		
	cohesiva embebida	623					Mampostería	113		
<i>FITNET FFS</i>		805					<i>Master curve</i>	781		
Flexibilidad		391					Material compuesto	79	293	299
Flexión		3	373	510				560	566	677
Fotoelasticimetría		671						707	736	742
Fractografía		67	343				cuasifrágil	107		
Fractura		151	299	445			laminado/sándwich	96	427	
	adhesiva	701					Materiales autorreparantes	311		
	dúctil	468					cristalinos	463		
	elastoplástica	317					híbridos	701		
	frágil	175	775				magnetoelectroelásticos	439	445	
	intergranular	542					superconductores	55		
	interlaminar	566					Memoria de forma	29	35	
	proceso oxigenación	55					Método S _{pb}	317		
Fragilización		133	325	451						

Mezclas	193	730	742	<i>Slip-casting</i>	96		
Micromecánica	293			<i>Small Punch</i>	486	492	677
Modelos / modelización	11	468	724		689		
cohesivos	113	542	667	Soldadura	403	769	
	787			<i>Superfin</i>	269	510	
multiescala	47			Tamaño de grano efectivo	163		
de fatiga multiaxial	379			<i>TDCB</i>	701		
de plano critico	361			Tejido Óseo	23		
de regresión	530			Temperatura	127	287	683
de Rusinek-Klepaczko	211	217		Tenacidad	79	238	263
micromecánicos	587				689	781	
Modo I local	457			de fractura dinámica	3	695	
mixto	107	457		direccional	169		
Molienda mecánica	157			Tendones	605		
Momentos de inercia	617			Tensión <i>T</i>	522		
Morteros de cemento	635			tangencial	17		
<i>Nanocomposite</i>	257			Tensiones	671		
Nanofibra de carbono	257			residuales	96	199	205
Nanohuecos	468				325	403	
Nanoindentación	29	35	55	Tensor intensidad de tensión	522		
	96			Teoría de mezclas	498		
Nanomecánica	463			Termografía	660		
Nanotubo	474			infrarroja	683		
Optimización	492			Titanato de circonio	85		
Pandeo	617	701	787	Titanio	181		
Panel rigidizado	223			Tolerancia al Daño	223		
Perforación	211	217		Trabajo Esencial de Fractura	275	655	
Permeabilidad	581	629	641	Transitorio	445		
pH	635			Tratamiento criogénico	421		
<i>Phased Array</i>	707			Trefilado	248	325	
Plasticidad	293	463	542	TTS	337		
	683			Ultrasonidos	587		
Polímeros	263	269	275	Umbral de cloruros	599		
	281	287	305	Velocidad de crecimiento	391		
	311	397	736	de deformación	127	611	683
	748	753			695		
Porosidad	581	641		de solitación	337		
Predicción de vida	379	548	554	Vía térmica	311		
Probeta entallada / fisurada	486	689		Vida útil	373		
Propagación de Ondas Lamb	707			Viscoelasticidad	730		
Pulvimetalurgia	181			<i>Wire-wound vessels</i>	799		
Recubrimientos	139			X-750	229		
Reductor	805			<i>X-FEM</i>	516		
Reforzamiento	73			<i>X-ray diffraction</i>	403		
Reparación	415			YBCO	55		
Resistencia a compresión	719						
a fatiga	287						
residual	427	433	769				
<i>Rising Load Test</i>	229						
Sección trapecial	119						
Seda víscida	41						
Separación de carga	281	317					
Simulación estructural	223						
numérica	427	433					

EDITORIAL	◆
CONFERENCIAS INVITADAS	◆
FRACTURA DE MATERIALES BIOLÓGICOS Y BIOMATERIALES	◆
FRACTURA DE MATERIALES CERÁMICOS Y PÉTREOS	◆
FRACTURA DE MATERIALES METÁLICOS	◆
FRACTURA DE MATERIALES POLÍMEROS	◆
FATIGA E INTERACCIÓN CON EL MEDIO AMBIENTE	◆
MÉTODOS ANALÍTICOS Y NUMÉRICOS	◆
SEGURIDAD Y DURABILIDAD DE ESTRUCTURAS	◆
TÉCNICAS EXPERIMENTALES	◆
APLICACIONES Y CASOS PRÁCTICOS EN INGENIERÍA	◆
ÍNDICE TEMÁTICO	◆
ÍNDICE DE AUTORES	◆

ÍNDICE DE AUTORES

Abdelkader, S.M.	641				Carpio, J.	133			
Acebes, M.	587				Carrascal, I.A.	287	397		
Aguirre, M.V.	145				Casado, J.A.	133	287	397	
Al-Assadi, G.	629	587			Casas, B.	139			
Albístur Goñi, A.	193				Casati, M.J.	629			
Aldazabal, J.	474				Castillo Ron, E.	530			
Alegre, J.M.	421	486	671	799	Castillo, G.	305			
Al-Jabareen, A.	275				Castro, I.	355			
Alonso, C.	593	599			Cendón, D.	695			
Alonso, M.C.	605				Ceseracciu, L.	102			
Álvarez, I.	91				Chaos-Morán, R.	257			
Alvarez, J.A.	486	689	133		Chevalier, J.	73			
Andrade, C.	451	649			Chimeno Manguán, M.	427	433		
Anglada, M.	102				Cicero, R.	805			
Antón, R.	635				Cicero, S.	229	805	238	
Antunes, F.V.	403	409			Cifuentes, H.	119			
Arciniegas, M.	29	35			Claes, E.	11			
Arenas, M.A.	373				Cokonaj, V.	707			
Arencón, D.	269				Conde, A.	373			
Aretxabaleta, L.	305				Costa, J.M.	403	409		
Arévalo, C.	468				Cuesta, I.I.	486	492		
Argüelles, A.	677				De Almeida, L.C.	666			
Arias, A.	211	217			De Andrés, P.	451			
Ariza, M.P.	463	468			Del Viso, J.R.	719	793		
Armendáriz Benítez, I.	427	433	560		Díaz, G.	498	805		
Artigas, A.	415				Diego, S.	287			
Artús, P.	269	510			Doblaré, M.	23			
Atienza, J.M.	17	199	205		Domínguez Abascal, J.	349	548	554	775
Aurrekoetxea, J.	305				Donado, A.	373			
Ayaso, F.J.	331	248			Dürsteler, J.C.	269	510		
Azpiroz, X.	127				Eizagirre, I.	127			
Baudín, C.	85				Elices, M.	11	17	41	199 205
Bea, J.A.	23					457			
Belzunce, F.J.	151	317	367	492	Elizetxea, C.	311			
Benito, J.A.	157				Enfedaque, A.	67	695		
Berlanga Labari, C.	193				Escalera, M.D.	257			
Bermejo Núñez, E.B.	581				Escuadra, J.	724			
Bernal, J.M.	11				Esposito, L.	96			
Berto, F.	457				Esteban, P.G.	181			
Betegón, C.	492				Fathy, A.M.	113	623		
Bolzoni, L.	181				Fernández Cánovas, M.	581			
Borrego, L.P.	403	409			Fernández Canteli, A.	385	522	530	
Bouteloup, C.	593				Fernández Carrasquilla, J.	193			
Bravo, P.M.	421	671	799		Fernández Sáez, J.	217	522		
Brincker, R.	385				Fernández Zúñiga, D.	522			
Cabrera, J.M.	157				Fernández, J.	629			
Calvo, S.	660				Fernández, P.	343	385		
Canal, L.P.	293				Fernández-Jiménez, A.	61			
Canales, M.	660				Ferreira, J.M.	409			
Canteli, A.F.	367				Ferreño, D.	229	805		
Cañas, J.	566				Flórez, S.	311			
Capdevila, X.G.	55				Freitas, M.	379			
Carmona, J.R.	719	787	793		Fuenmayor, F.J.	504	516		

Fullea, J.	451	649				Lacalle, R.	229	486	689	805
Gaillet, L.	605					Lapeña, J.	781			
Gaitero, J.J.	649					Lazzarin, P.	457			
Galán, I.	649					Leguey, T.	175	234		
Gallardo, J.M.	775					Lezcano, R.	151			
Gálvez, F.	695					Li, B.	379			
Gálvez, J.C.	575	581	629			Llanes, L.	139			
Gamez-Perez, J.	263					Llorca, J.	145	293	299	
García, J.	223	689				López Aenlle, M.	385	391	530	
García, M.A.	677					López Díez, J.	427	433		
García Álvarez, V.O.	107					López Garello, C.M.	107			
García-Aznar, J.M.	23					López, F.	47	701		
García Herrera, C.	11					Lopez-Esteban, S.	73			
García Martínez, J.	560					López-López, E.	85			
García Peláez, F.	560					Lorenzo, M.	325			
García Sánchez, F.	439	445				Luque, A.	474			
Gil Sevillano, J	474	542				Manero, J.M.	29	35		
Gil, F.J.	29	35				Mantič, V.	480	566		
Gil, R.	337					Manzoli, O.L.	498			
Giner, E.	504	516				Marian, J.	468			
Gómez Benito, M.J.	23					Martín de la Escalera, F.	223	707		
Gómez, C.	660					Martín, A.	61	145		
Gómez, F.J.	187	457				Martín, J.J.	343			
González Aguado, R.	560					Martín-Meizoso, A.	163	617		
González, B.	169	331	724	730	742	Martínez, A.B.	269	305	510	
	753					Martínez, R.	139			
González, C.	299					Martínez-Esnaola, J.M.	355	474	542	617
González, D.	542					Maspoch, M.Ll.	317	263		
González, L.A.	23					Mateos, M.	305			
González, M.	29	35				Matos, J.C.	169	331	724	
González, M.L.	736	742	748	753		Medina, F.	119			
González, R.	223					Méndez, D.	133			
Gordo, E.	181					Mendizabal, M.A.	311			
Gorrochategui, I.	229					Miguel, S.	47	701		
Graciani, E.	480	566				Miguez, J.C.	748			
Grasa, J.	23					Molina Bas, O.I.	575			
Gude, M.R.	257					Mondragón, I.	736	742	753	
Guinea, G. V.	11	17	41			Monge, M.A.	96	145	175	
Gutiérrez-Solana, F.	133	229	238	287	397	Monsalve, A.	373	415		
	486	689				Moragues, A.	575	581	635	641
Guzmán, R.	683					Moreno, A.	781			
Hernández, M.G.	587					Moreno, B.	361			
Herreros, M.A.	47	701				Moreno, R.	85			
Horn, A.J.	238					Moya, J.S.	73			
Hueste, A.E.	498					Múgica, J.I.	305			
Illescas, S.	275					Muñoz, A.	175			
Irisarri, A.M.	127	311	769			Muñoz, S.	554			
Jáñez, E.A.	611					Musa, A.	41			
Jiménez Piqué, E.	102					Nascimento, L.	263			
Jiménez, C.	127	311				Navarro, A.	349			
Juanes, F.J.	748					Navarro, C.	548	554		
Kharin, V.	325	536				Nobre, J.P.	403			
Klepaczko, J.R.	211	217				Núñez Carreira, S.	391			
Knap, J.	468					Núñez, J.L.	660			
Laborda, P.J.	23					Ocaña, I.	163	355		

Oliver, J.	498				Salamanca, Á.	223				
Ortega, Y.	96	234			Salazar, A.	281				
Ortiz, M.	463	468			Salmí, G.	175				
Oxley, M.	758				San Millán, F.J.	223	560			
Palacios, M.	151				Sánchez, E.	635				
Palomo, A.	61				Sánchez, J.	451	649			
Pareja, R.	151	175	234		Sanchez, M.	593	599	605		
Parente, P.	96				Sánchez, T.	587				
París, F.	480	566			Sánchez Gálvez, V.	3	67	695		
Pastor, J.Y.	61	145			Sánchez-Herencia, A.J.	96				
Peña, D.	415				Sánchez-Soto, M.	275				
Peña, J.	29	35			Sancho, J.M.	113	623			
Peñuelas, I.	492				Santana, O.	263	275			
Perea, G.B.	41				Sanz, B.	623				
Pereira, L.	635				Savage, G.	758				
Pérez Castellanos, J.L.	683				Savoini, B.	96				
Pérez Melguizo, C.	707				Segarra, M.	55				
Pérez-Rigueiro, J.	41				Segovia, A.	510				
Pinilla, P.	47	701			Segurado, J.	293				
Pinto, H.	530				Sendín Alvarez, A.	385	391			
Pires, J.T.B.	403				Serrano, M	781				
Planas, J.	113	623			Silveira, E.	127	769			
Plaza, G.R.	41				Solaguren-Beascoa, M.	421	671	799		
Polanco, J.A.	287	397			Suárez, J.C.	47	701			
Pons, A.	41				Tarancón, J.E.	504				
Porrás-Soriano, R.	719	787			Tarrés, E.	139				
Porro, A.	649				Távara, L.	566				
Prado, J.M.	157				Tejedor, R.	157				
Preciado, M.	421	671	799		Tino, R.	730				
Ramasubramanian, A.	463				Toledano, M.	373				
Ramírez, G.	139				Toribio, J.	169	248	325	331	337
Ramirez, L.	373					343	536	611	724	730
Real, E.	367				Torrecillas, R.	91				
Recio, F.J.	593	599	605		Torres, Y.	775				
Reis, L.	379				Tucci, A.	96				
Revuelta, J.M.	11				Tur, M.	516				
Reyes Pozo, E.	641				Ulargui, S.	223				
Rivera, S.	151				Ureña, A.	257				
Roa, J.J.	55				Urrutibeascoa, I.	305				
Rodríguez, A.	361				Valea, A.	736	742	748	753	
Rodríguez, C.	317	367	492		Valiente, A.	187				
Rodríguez, J.	281				Valle, M.	223				
Rodríguez-Baracaldo, R.	157				Vallellano, C.	349				
Rodríguez-Martín, R.	163	355			Valls, I.	139				
Rodríguez-Martínez, J.A.	217	211			Vázquez Valeo, J.	349	548			
Rodriguez-Suarez, T.	73				Vercher, A.	504				
Rojas Díaz, R.	439	445			Vergara, D.	337	343			
Rojo, F.J.	17				Viña, I.	677				
Ruiz, G.	655	666	719	787	793	677				
Ruiz-Hervías, J.	199	205			Yu, R.C.	655	793			
Ruiz-Navas, E.M.	181				Zaera, R.	211				
Rusinek, A.	211	217			Zapatero, J.	361				
Sabsabi, M.	516				Zhang, X.X.	655	793			
Sádaba, S.	299									
Sáez Pérez, A.	439	445								

