



Revista Española de **MECÁNICA DE LA FRACTURA**

**Volumen 2
Julio 2021**

ISSN: 2792-4246

Editado por la Sociedad Española de Integridad Estructural
Grupo Español de Fractura

Fotografía titulada "*Jardín*", autor Diego Erena Guardia, de la Universidad de Sevilla.

1^{er} premio del concurso de Fotografía Científica organizado por el Grupo Español de Fractura en la edición del año 2018 correspondiente al XXXV Encuentro del Grupo Español de Fractura celebrado en Málaga, 14, 15 y 16 de marzo de 2018

Esta edición de la REVISTA ESPAÑOLA DE MECÁNICA DE LA FRACTURA contiene parte de las comunicaciones presentadas en el 37 Congreso del Grupo Español de Fractura GEF2021. Todos los textos de dichas ponencias se encuentran publicados en los volúmenes 1 y 2 de la dicha revista.

Esta edición está editada por los miembros de la Junta Directiva de la Sociedad Española de Integridad Estructural – Grupo Español de Fractura SEIE-GEF, siendo sus miembros los siguientes:

Francisco GÁLVEZ DÍAZ-RUBIO (Presidente)
Alicia SALAZAR LOPEZ (Secretario)
Luis TÁVARA (Tesorero)
Jesús Manuel ALEGRE CALDERÓN
Eugenio GINER MARAVILLA
Cristina RODRIGUEZ GONZÁLEZ
Carlos NAVARRO PINTADO
Orlando SANTANA PÉREZ

Como bienvenida, se reproduce en las páginas siguientes un extracto del discurso de apertura del congreso pronunciado por el presidente de la sociedad

Revista Española de MECÁNICA DE LA FRACTURA
Volumen 2 –Julio 2021
ISSN: 2792-4246
Editado por la Sociedad Española de Integridad Estructural
Grupo Español de Fractura SEIE-GEF
ETSI Caminos canales y Puertos
c/ Profesor Aranguren sn
28040 Madrid

Queridos amigos

Quiero daros la bienvenida a este congreso de la Sociedad Española de Integridad Estructural del Grupo español de Fractura, que celebramos a partir de hoy en su edición número 37, y que edita las actas en esta revista que nace hoy, en los volúmenes 1 y 2. Como sabéis, este congreso es especial, no solo en cuanto a su formato, sino también en cuanto a lo que nos deja en la memoria. Vivimos tiempos que son complicados por la situación que todos conocéis, y desgraciadamente producto de ella hemos perdido a seres queridos y a amigos. Amigos muy cercanos. Muchos de vosotros habéis vivido momentos difíciles y tristes en vuestras casas y con vuestras familias. También en esta sociedad, que muchos consideramos como una casa y de la que vosotros formáis parte de una gran familia.

Seguramente algunos de vosotros conoceréis la historia de esta sociedad, aunque quizá los más jóvenes no en detalle. Para aquellos que no hayáis tenido la ocasión de conocerla me gustaría dar un pequeño repaso. Sé que puedo no ser riguroso y cometer imprecisiones, pero me gustaría dedicar unas palabras a los pasos que se siguieron desde los comienzos, y en particular algunos de ellos.

Ha pasado mucho tiempo desde que, en 1984 en Sigüenza, se celebró la primera edición, promovida por Manuel Elices y Manuel Fuentes. Ellos fueron los padres de lo que ahora conocemos. En los primeros años se celebraron reuniones anuales, en forma de reuniones entre universidades y centros de investigación en forma de congresos. Estas reuniones en algunos años no solo fueron españolas, sino que incluso varias se hicieron hispano-lusas con la participación de nuestros homónimos portugueses, como en las reuniones de Braga, Luso y Porto. La primera reunión a la que yo asistí fue la decimotercera, en Ribadesella. La verdad es que a mí siempre nunca me ha desagradado el número trece, puesto que ahí empecé a formar parte de esta familia. Los primeros tiempos desembocaron posteriormente bajo la dirección de Gustavo Guinea en la creación de la sociedad que hoy conocemos, en la que se regularon los estatutos y se constituyó la Sociedad Española de Integridad Estructural. En aquellos tiempos Antonio Martín Meizoso era el secretario. Posteriormente a partir de 2004 la sociedad comenzó a dar sus pasos con Antonio como presidente, y José Fernández Sáez de tesorero. Por supuesto que había más personas en la junta directiva, a las que no quiero olvidar, pero hoy precisamente quiero recordar en especial a ambos. Con ellos al mando, la sociedad vivió buenos momentos muchos años, Pepe estuvo diez años de tesorero. Antxón catorce de presidente a los que hay que sumar algunos más anteriores de secretario.

No sé si son caprichos del destino, pero fue Pepe precisamente en 2014 el que me llamó e insistió para que le sucediera como tesorero de la sociedad, ya que él creía que debía dar un paso al lado y me propuso como tesorero. Yo ya venía colaborando en la Sociedad de forma altruista con la página web y asistía como invitado por Antxón y Pepe a las reuniones de la Junta Directiva. Pepe y yo habíamos estudiado la misma carrera, Ingeniería Aeronáutica, y entre nosotros teníamos cierta complicidad. Podéis llamarlo corporativismo, pero eso fue algo que siempre de alguna forma nos mantuvo unidos, y él siempre me transmitió una gran confianza. Yo finalmente accedí y entre a formar parte de esta junta directiva en su sustitución como tesorero. Pero la historia no acaba ahí, años después, en 2018 fue Antxón en Navidades, el que me llamó. Me dijo que venía en Madrid a ver a su hijo por Navidad y quería hablar conmigo. Estuvimos juntos tomando primero café, y después alguna otra cosa más. Hablamos de muchas cosas, y entre ellas me anunció su intención de jubilarse en breve. Tenía intención de dejar la vida activa para dedicarse a su familia, y había pensado en mí como su recambio como presidente de la sociedad. También me convenció, y también le sucedí en el cargo, propuesto por él pero esta vez elegido por todos vosotros en la Asamblea de la Sociedad. Caprichos del destino, como he dicho, pero a ambos les tengo que agradecer que pensarán en mí como su sucesor. Por ello a ambos siempre les estaré eternamente agradecido.

Primero se nos fue José Fernández Saéz, y después Antonio Martín Meizoso. Nuestros queridos Pepe y Antxon. Por ello hemos creído conveniente dedicarles este congreso, a ellos siempre muy comprometidos con nuestra sociedad. Se nos han ido dos miembros de nuestra familia, dos grandes amigos que siempre recordaremos con cariño. Pero no soy yo el que más conoció a ambos. Yo colaboré con ellos con esta sociedad, pero otras personas tuvieron con ellos un trato mucho más cercano con ellos. Personas que trabajaron con ellos día a día. Incluso vosotros, seguramente tuvisteis buenas anécdotas con ellos que podríais contar. Muchos de vosotros los conocisteis mucho mejor que yo. La pandemia nos ha quitado mucho. Nos ha robado personas, nos ha robado un año, pero debemos seguir adelante. Por ello en la junta tomamos la decisión de reunirnos virtualmente en este congreso, ya que no podemos hacerlo presencialmente. Todos sabemos que los congresos no son solo reuniones científicas en las que discutimos nuestros progresos en investigación. Sino que también son reuniones de amigos, en las que durante unos días nos reunimos todos para convivir, tomar café, refrescos, vinos o cervezas juntos, salir a cenar y socializar. Hoy esto no podemos hacerlo, pero esta reunión nos sirve para seguir en contacto y mantenernos cercanos. Para el año que viene, esperemos que sea así, volver a reunirnos presencialmente en algún lugar de la península. Como hemos hecho tradicionalmente, dos semanas antes de Semana Santa, o incluso en cualquier otra fecha.

Finalmente quiero destacar el enorme trabajo y empuje de la junta directiva de la sociedad. El trabajo dedicado durante muchos días, horas interminables, reuniones

antes presenciales y ahora de *Teams* o *Zoom*, términos que hace un par de años ni conocíamos. Quiero mencionar en especial a Alicia Salazar, Cristina Rodríguez, Jesús Manuel Alegre, Eugenio Giner, Carlos Navarro Pintado, Orlando Santana, y Luis Távora, gracias por vuestro trabajo y dedicación a esta sociedad, sin quienes esta reunión no sería posible. Y por supuesto también a todos vosotros, aquí presentes, que con vuestro trabajo incansable del día a día, investigando en lo que más os gusta, con los recursos que tenemos, hacéis que estos congresos sean posibles estos encuentros. No quiero olvidarme de Luis Felipe Borrego, que ha intentado durante dos años consecutivos celebrar el congreso en Portugal, pero desgraciadamente por las circunstancias actuales de pandemia no ha sido posible. El también dedicó mucho tiempo y esfuerzo, y todos se lo agradecemos. Espero que pronto sea posible hacer realidad su sueño.

Cuando nos dimos cuenta de que preparar una reunión en Portugal no era posible, decidimos muy a nuestro pesar de no tener el contacto humano entre nosotros, preparar esta reunión virtual del GEF como así nos obligan los estatutos de la sociedad y la tradición marcada. En ese momento no esperábamos tener una gran acogida, y realmente no esperábamos más de 40 comunicaciones, pero hemos llegado a las 76, casi el doble de lo esperado, y dos conferencias invitadas. Esto es gracias a vuestro trabajo y a vuestra implicación con la sociedad. Muchas gracias a todos. Como ya sabéis, pues lo habéis visto en el programa, este congreso, aunque se realice de forma virtual, hemos tratado de hacerlo con la misma estructura que tienen nuestros tradicionales encuentros. Lo hemos hecho así para seguir con nuestra tradición. Con tres salas paralelas, y con los tradicionales premios de mejor tesis doctoral, mejor presentación de no doctor, mejor poster y mejor fotografía. Estos se entregarán en el acto de clausura. Quiero agradecer a los paneles evaluadores el gran trabajo que realizan, como todos los años.

Además, los trabajos que habéis realizado, las actas del congreso, se publican en la ésta revista que estrenamos, *La Revista Española de Mecánica de la Fractura*, que nace para en sustitución a los tradicionales *Anales de Mecánica de la Fractura*. También quiero destacar que una selección de los trabajos se publicará en la revista *Theoretical and Applied Fracture Mechanics* editada por *Elsevier* con una edición especial *in Memoriam*, como homenaje a nuestros dos queridos compañeros Pepe y Antxón

Finalmente quiero concluir animándoos a seguir trabajando como hasta ahora, a seguir empujando con esta sociedad, y el año que viene celebrar un congreso que todos esperamos vuelva a ser presencial, una gran reunión de amigos.

Francisco Gálvez

Presidente de la Sociedad Española de Integridad Estructural SEIE-GEF

ÍNDICE (Volumen 2)

FRACTURA DE MATERIALES BIOLÓGICOS Y BIOMATERIALES	1
<i>ANÁLISIS DEL COMPORTAMIENTO ELÁSTICO Y LA FRACTURA A COMPRESIÓN DE UNA MUESTRA BIOINSPIRADA DE HUESO TRABECULAR FABRICADA EN ÁCIDO POLILÁCTICO</i> R. Megías, R. Belda, A. Vercher-Martínez, E. Giner	3
<i>MECHANICAL BEHAVIOUR UNDER THREE POINT BENDING UNTIL FRACTURE OF BONE AND SIMULANT MATERIALS</i> D. Infante-García, M. Álvarez, M. Marco, M. Henar-Miguélez, E. Giner	9
<i>DETERMINACIÓN DE LA TENSIÓN DE ROTURA DE HUESOS COMBINANDO ENSAYOS MECÁNICOS Y MICROTOMOGRFÍA COMPUTARIZADA</i> J. Aldazabal, A. Bergara, M. Stephen, K. López, C. I. Rodríguez.....	15
<i>ANÁLISIS NUMÉRICO DEL ESTADO TENSIONAL DEL DISCO DE LA ARTICULACIÓN TEMPOROMANDIBULAR BAJO APRETAMIENTO MANDIBULAR</i> N. García-Fernández, F. Pelayo, E. Tanaka, E. Barrientos-Blanco, M.J. Lamela-Rey, A. Fernández-Canteli, A. Álvarez-Vázquez	21
FRACTURA DE MATERIALES CERÁMICOS Y PÉTREOS	27
<i>UNA COMPARATIVA NORMATIVA – EXPERIMENTAL SOBRE EL HORMIGÓN REFORZADO CON FIBRAS SOMETIDO A ESFUERZO DE CORTE DIRECTO</i> Á. Picazo, M. G. Alberti, A. Enfedaque, J. C. Gálvez	29
<i>TEORÍA DE CORTE-FRICCIÓN APLICADA AL HORMIGÓN REFORZADO CON FIBRAS DE ACERO</i> Á. Picazo, J. C. Gálvez, M. G. Alberti, A. Enfedaque	35
<i>EXPERIMENTAL AND NUMERICAL ANALYSIS OF BRAZILIAN TESTS IN THE DETERMINATION OF THE TENSILE STRENGTH OF UHPFRC</i> B. Sanz, J. Planas, V. Rey, R. Sancho, J.C. Sanz, J.M. Sancho, F. Gálvez	41

FRACTURA DE MATERIALES METÁLICOS	47
<i>CARACTERIZACIÓN EN FRACTURA DE ACEROS DE VASIJA MEDIANTE PROBETAS MINI-CT Y SMALL PUNCH. PRIMEROS PASOS DEL PROYECTO EUROPEO FRACTESUS</i>	
B. Arroyo, S. Cicero, M. Lambrecht, H. Swan, P. Arffman, E. Altstadt, T. Petit, F. Obermeier	49
<i>EFFECTOS DEL HIDRÓGENO EN LA TENACIDAD A FRACTURA Y FATIGA DE ACEROS ESTRUCTURALES PARA SU USO EN CONTACTO CON HIDRÓGENO A PRESIÓN.</i>	
L.B.Peral, C.Rodríguez, I.Fernández-Pariente, J.Belzunce	55
<i>ESTUDIO MICRO-ESTRUCTURAL DEL CUELLO DE ESTRICCIÓN EN ALAMBRES DE ACERO PERLÍTICO TREFILADO SOMETIDOS A SOLICITACIONES DE TRACCIÓN.</i>	
R. Rodríguez, F. J. Ayaso, J.Toribio.....	61
<i>ANÁLISIS DE LA EVOLUCIÓN DE MICRO-DEFECTOS INTRACOLONIALES PRESENTES EN ACERO PERLÍTICO TREFILADO.</i>	
R. Rodríguez, F. J. Ayaso, J.Toribio.....	67
<i>SOLUCIONES DEL FACTOR DE INTENSIDAD DE TENSIONES PARA FISURAS ELÍPTICAS INTERNAS EN BARRAS CILÍNDRICAS SOMETIDAS A ESFUERZOS DE TRACCIÓN.</i>	
J. M. Alegre, I.I. Cuesta, A. Díaz	73
<i>OPTIMIZACIÓN DEL PERFIL DE TENSIONES RESIDUALES DE SHOT PEENING PARA MEJORAR LA RESISTENCIA A FATIGA.</i>	
S. Aguado-Montero, J. Vázquez, C. Navarro, J. Domínguez	79
<i>INFLUENCIA DEL TIEMPO DE REVENIDO EN LA TENACIDAD A FRACTURA DE UN ACERO 42CRMO4 PRECARGADO CON HIDROGENO</i>	
A. Zafra, V. Arniella, G. Álvarez, J. Belzunce, C. Rodríguez	85
<i>LAS INCLUSIONES Y SU POSIBLE INFLUENCIA SOBRE EL COMPORTAMIENTO ANISÓTROPO EN FRACTURA DE ALAMBRES DE ACERO PERLÍTICO TREFILADO SOMETIDOS A SOLICITACIONES DE TRACCIÓN.</i>	
F. J. Ayaso, B. González, R. Rodríguez, J. Toribio	91
<i>PREDICCIÓN DE LA VIDA RESIDUAL EN TUBERÍAS DE GAS CONSIDERANDO EL EFECTO DE LA CORROSIÓN DEBIDO AL TERRENO Y LA DEGRADACIÓN DEL MATERIAL.</i>	
I. Shtoyko, J. Toribio, V. Kharin, M. Hredil	97
<i>EVOLUCIÓN MICROESTRUCTURAL MULTI-ESCALA EN ACERO PERLÍTICO TREFILADO: UN ENFOQUE BASADO EN EL CONCEPTO DE PALIMPSESTO Y UN TRIBUTO A RAFAEL SANZIO.</i>	
J. Toribio.....	101

<i>ANÁLISIS DEL PROCEDIMIENTO DE ENSAYO DE LA FRAGILIZACIÓN POR HIDRÓGENO MEDIANTE EL USO DEL SPT.</i>	
G. Álvarez, A. Zafra, C. Rodríguez, F.J. Belzunce	107
<i>INFLUENCIA DE LA MICROESTRUCTURA EN LOS MICROMECHANISMOS DE DAÑO DE ACEROS FUERTEMENTE TREFILADOS, EUTECTOIDES E INOXIDABLES DÚPLEX</i>	
M. Iordachescu, A. Vallente, M. de Abreu.....	113
<i>ANISOTROPÍA DE LA FRAGILIZACIÓN POR HIDRÓGENO EN ACERO PERLÍTICO TREFILADO: RECORDANDO EL "CRISTO MUERTO" DE ANDREA MANTEGNA</i>	
J. Toribio.....	119
<i>EVALUACIÓN DEL DAÑO POR HIDRÓGENO DURANTE EL PROCESO DE "BRUSH PLATING</i>	
M. Bravo, Y. Sánchez, A. Monsalve	123
FRACTURA DE MATERIALES POLIMÉRICOS Y COMPUESTOS	129
<i>ECOBLENDS'UP: COMPUESTOS MICROFIBRILADOS "IN SITU" A PARTIR DE MEZCLAS PLA/BIOPA MEDIANTE MANUFACTURA ADITIVA</i>	
L. Martínez-Orozco, N. Leon, J. Cailloux, M. Sanchez-Soto, M. MasPOCH, O. Santana.....	131
<i>PREDICCIÓN DE PROPIEDADES MECÁNICAS DE POLIÁCIDO LÁCTICO (PLA) PROCESADO MEDIANTE MOLDEO POR COMPRESIÓN Y FABRICACIÓN ADITIVA (FDM)</i>	
A. Saldaña, M. Lorenzo-Bañuelos, W. M. H. Verbeeten.....	137
<i>FRACTURA VISCOELÁSTICA EN PROPULSANTES SÓLIDOS</i>	
M. Martínez, R. López, A. Salazar.....	145
<i>PREDICCIÓN PROBABILÍSTICA DE LA TENACIDAD A FRACTURA DE LA RESINA EPOXI EPOLAM 2025 INCLUYENDO EL EFECTO DEL RADIO DE ENTALLA</i>	
A. Álvarez-Vázquez, M. Muñoz-Calvente, P. Fernández-Fernández, A. Fernández-Canteli, M. J. Lamela-Rey	151
<i>EFFECTO DE TAMAÑO EN LAMINADOS CRUZADOS: ESTUDIO DE LA TRANSICIÓN ENTRE ESCALAS DE LA INICIACIÓN DE GRIETAS USANDO UN ENFOQUE VARIACIONAL DE LA MECÁNICA DE LA FRACTURA</i>	
T. Guillén Hernández, A. Quintana-Corominas, I.G. García, J. Reinoso, M. Paggi, A. Turón.....	157
<i>ESTUDIO DEL EFECTO ESCALA EN LAMINADOS [0,90]s DE MATERIAL COMPUESTO</i>	
M.L. Velasco, E. Correa, F. París.....	163
<i>ESTUDIO PARAMÉTRICO DEL MODELO DE ZONA COHESIVA DISPONIBLE EN EL CÓDIGO DE ELEMENTOS FINITOS ABAQUS. APLICACIÓN A LAMINADOS CFRP</i>	
J.V. Calvo, N. Feito, M.H. Miguélez, E. Giner.....	169

<i>PREPARATION AND CHARACTERIZATION OF TERNARY BLENDS USING POLY (LACTIC ACID)</i> N. Candau, N. León Albiter, T. Abt, M.L Maspoch.....	175
<i>NUMERICAL ANALYSIS OF THE INFLUENCE OF FIBER DISTRIBUTION ON DAMAGE INITIATION IN CFRP</i> M. Marco, E. Giner, M.H. Miguélez, D. González.....	181
<i>ESTUDIO DEL CONTACTO CON RETROCESO ENTRE EL REFUERZO Y EL HORMIGÓN EN EL ENSAYO DE DOBLE CORTANTE PULL-PUSH</i> M. Muñoz-Reja, L. Távara, V. Mantic	187
<i>ANÁLISIS DEL COMPORTAMIENTO MECÁNICO DEL MATERIAL PLA IMPRESO CON TÉCNICAS FDM</i> R. Mantecón, C. Rufo, J. Díaz, H. Miguélez.....	193

FRACTURA DE MATERIALES BIOLÓGICOS Y BIOMATERIALES

ANÁLISIS DEL COMPORTAMIENTO ELÁSTICO Y LA FRACTURA A COMPRESIÓN DE UNA MUESTRA BIOINSPIRADA DE HUESO TRABECULAR FABRICADA EN ÁCIDO POLILÁCTICO

Raquel Megías, Ricardo Belda, Ana Vercher-Martínez, Eugenio Giner

Instituto de Ingeniería Mecánica y Biomecánica-I2MB
Dpto. de Ingeniería Mecánica y de Materiales
Universitat Politècnica de València
Camino de Vera s/n, 46022 Valencia-España

RESUMEN

En este trabajo, se ha estudiado el comportamiento mecánico de muestras artificiales de hueso trabecular obtenidas mediante fabricación aditiva utilizando ensayos experimentales de compresión y simulaciones numéricas. Las muestras bioinspiradas han sido fabricadas por impresión 3D empleando ácido poliláctico (PLA). Los ensayos experimentales a compresión cuasiestática han permitido calibrar los modelos de elementos finitos, que sirven de herramienta para estimar propiedades elásticas y de fallo para la muestra bioinspirada fabricada. Los resultados de la calibración inversa de las propiedades mecánicas revelan una deformación de inicio de fallo ε_y dependiente de la dirección de fabricación de la muestra. Se ha estimado una ε_y de 0.03 para la dirección de fabricación y de 0.05 para las direcciones transversales. Esta dependencia se observa también en las propiedades elásticas calibradas, un 25% mayores para la dirección de fabricación. El procedimiento establecido en este trabajo permite obtener un modelo numérico calibrado indicado para la estimación de las propiedades elásticas y resistentes aparentes de una muestra bioinspirada de PLA.

PALABRAS CLAVE: Impresión 3D, muestra bioinspirada, ácido poliláctico, fallo a compresión, elementos finitos.

ABSTRACT

In this work, the mechanical behaviour of synthetic trabecular bone samples obtained by additive manufacturing has been studied using experimental compression tests and numerical simulations. Bio-inspired samples have been manufactured by 3D printing using polylactic acid (PLA). Experimental quasi-static compression tests have allowed the calibration of finite element models, which serve as a tool to estimate elastic and failure properties for the manufactured bio-inspired sample. The results of the inverse calibration of the mechanical properties reveal a failure onset strain ε_y dependent on the manufacturing direction of the sample. An ε_y of 0.03 has been estimated for the direction of manufacture and 0.05 for the transverse direction. This dependence is also observed in the calibrated elastic properties, which are 25% higher for the manufacturing direction. The procedure established in this work allows to obtain a calibrated numerical model suitable for the estimation of the apparent elastic properties and strength properties of a bio-inspired PLA sample.

KEYWORDS: 3D printing, bioinspired sample, polylactic acid, compression failure, finite elements.

1. INTRODUCCIÓN

El hueso es un material biológico con una estructura jerárquica que se desarrolla de forma óptima, soporta las cargas a las que está sometido utilizando el mínimo material posible. El hueso es una de las estructuras más estudiadas, ya que presenta una microarquitectura optimizada que se adapta ante las cargas a las que se le somete [1-2]. Concretamente, el hueso trabecular dispone material en forma de placas y puntales, representadas en la figura 2, cuya geometría es resultado del proceso de remodelación ósea [1]. Dichas estructuras optimizadas han inspirado el desarrollo de materiales avanzados, como son las espumas de celda abierta y cerrada o estructuras reticuladas, utilizadas en

aplicaciones diversas estructurales o para el diseño de materiales para absorción de energía [3,4].

El estudio de la influencia de la estructura del hueso en la respuesta mecánica ha motivado investigaciones desde hace décadas, pero no ha sido resuelto de forma completa. La importancia de conocer el comportamiento del hueso es de gran relevancia por diferentes motivos, como conocer sus propiedades mecánicas, predecir la fractura o diagnosticar enfermedades como la osteoporosis en etapas iniciales [5,6].

Por otro lado, la fabricación aditiva ha ganado importancia en los últimos años como proceso de fabricación. Las amplias posibilidades que ofrece la impresión 3D suponen un gran avance en muchos

campos. Entre sus utilidades está la realización de prototipos de bajo coste en los que evaluar posibles fallos, así como de piezas reemplazables y repuestos.

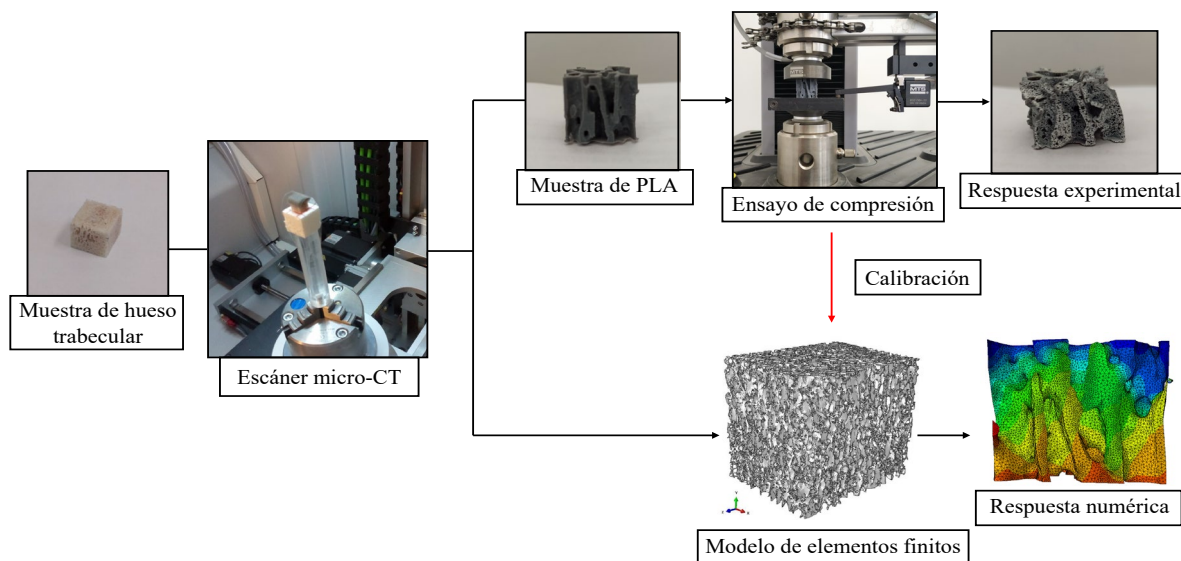


Figura 1: Esquema del procedimiento seguido para calibrar el modelo numérico con la respuesta experimental de la muestra impresa en 3D.

Otro campo en el que cada día se establece con más fuerza es en el del diseño de implantes, ya que permite evaluar diseños en estructuras no biológicas reduciendo los costes asociados [7]. La fabricación aditiva permite utilizar diferentes tipos de técnicas (estereolitografía, modelado de deposición fundida, deposición láser de material, etc.) y de materiales (plásticos, resinas, polvos de metal, etc.), en campos de aplicación muy diversos y cada día más amplios. Por ejemplo, en el campo de la biomecánica, permite fabricar piezas paciente-específicas para tratamiento de fracturas óseas complicadas [8,9].

En este trabajo, se estudia el comportamiento mecánico de una estructura bioinspirada obtenida por fabricación aditiva, sometida a cargas cuasi estáticas de compresión. El objetivo del trabajo es caracterizar el comportamiento no isótropo de la muestra respecto a sus tres direcciones y utilizar los modelos de elementos finitos calibrados para estimar propiedades elásticas y de fallo. Los resultados de este trabajo permiten disponer de parámetros elásticos y resistentes de estructuras alveoladas impresas en 3D cuya estimación experimental presenta dificultades. Los parámetros obtenidos pueden utilizarse en simulaciones numéricas de estructuras similares que presentan interés creciente en la literatura para la optimización del diseño de implantes.

2. MATERIALES Y MÉTODOS

En este trabajo se estudia la respuesta mecánica a compresión de una muestra con arquitectura trabecular obtenida mediante fabricación aditiva. Además, se han realizado modelos de elementos finitos para reproducir la

respuesta experimental y de este modo poder estimar las propiedades elásticas y resistentes. La figura 1 muestra la metodología experimental y numérica seguida en este trabajo.

2.1. Muestra estudiada

Para realizar este trabajo, se ha obtenido mediante fabricación aditiva una muestra de ácido poliláctico (PLA) con estructura de hueso vertebral lumbar de cerdo esqueléticamente maduro. La preparación de la muestra de hueso trabecular de cerdo, de forma cúbica con 10 mm de lado, se realizó en el Instituto de Biomecánica de Valencia (IBV).

2.2. Escaneado micro-CT y segmentación de imágenes

Para la caracterización 3D de la microestructura ósea utilizamos el servicio micro-CT de la Estación de Biología Mariña de A Graña (Universidad de Santiago de Compostela), cuyo escáner es un Skyscan1172 (Bruker, Kontig, Bélgica), consiguiendo imágenes con una resolución isótropa de 13.58 μm (voltaje 100 kV, intensidad 100 μA , filtro de Al/Cu). Las imágenes obtenidas por micro-CT, fueron segmentadas utilizando un procedimiento de umbralización manual global (ScanIP, Simpleware, UK). Del conjunto de imágenes de micro-CT de la muestra escaneada se extrajo digitalmente una región de interés en forma de cubo de 2 mm de lado para su posterior fabricación aditiva.

2.3. Fabricación aditiva de muestra bioinspirada

El material utilizado para la fabricación de las muestras por impresión 3D ha sido el ácido poliláctico (PLA). Este

material es un polímero biodegradable que puede producirse a partir del ácido láctico, fermentado a partir de cultivos como el maíz. El hueso trabecular del que procede la microestructura de la muestra de PLA es de cerdo sano. Por lo tanto, el porcentaje de relleno que se utilizará para la fabricación de todas las muestras es del 100%. Una de las ventajas que nos ofrece la impresión 3D es poder fabricar tantas muestras idénticas como se deseen estudiar, por lo que se pueden hacer ensayos destructivos en distintas direcciones y condiciones de carga.

Las muestras de PLA con estructura trabecular se fabricaron mediante impresión 3D (figura 2 dcha.) utilizando la Ultimaker 3.0. (Ultimaker, Utrecht, Netherlands). La precisión de impresión de la Ultimaker 3.0. no permite fabricar las muestras de PLA con las mismas dimensiones del hueso trabecular. Por eso es necesario escalar el modelo con un factor de 10 para poder fabricar adecuadamente la geometría de las muestras. Finalmente, las muestras obtenidas mediante fabricación aditiva tienen una geometría cúbica de 20 mm de lado. Se ha utilizado el software ScanIP (Simpleware, UK) para generar las mallas superficiales que se utilizarán para fabricar la geometría de las muestras de PLA obtenidas por impresión 3D. En el software Ultimaker Cura 4.8.0 (Ultimaker, Utrecht, Netherlands) se introduce el archivo que contiene la malla superficial y se definen los parámetros de impresión (velocidad de impresión = 40 mm/s, porcentaje de relleno = 100%, la altura de la capa = 0.1, el tipo de material = PLA). Las muestras se situaron en la impresora 3D de forma que la dirección de fabricación quedase paralela a la de dirección de crecimiento del hueso (figura 2 izda.). Se trata de la dirección en la que encontramos estructuras tipo placa en vez de tipo puntal.

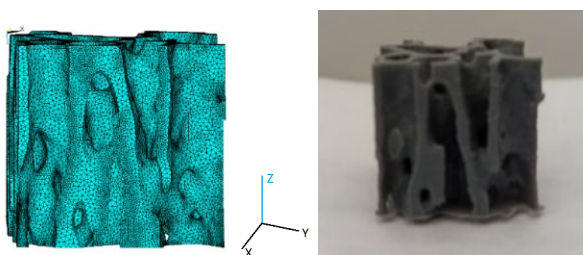


Figura 2: Modelo numérico (izda.) y muestra obtenida por fabricación aditiva (dcha.). Se parte de una región de hueso trabecular de 2 mm de lado.

2.4. Ensayo experimental cuasiestático a compresión

Se han llevado a cabo ensayos experimentales de compresión cuasiestática con control en desplazamientos a una velocidad de 1 mm/min. Se ha utilizado una máquina de ensayos electromecánica (MTS Criterion C42, MTS Systems, USA) con platos de compresión de aluminio (MTS ref.: FYA502A) para realizar los ensayos experimentales a compresión cuasiestática. El desplazamiento entre los platos de compresión se ha

medido utilizando un defleómetro de contacto (MTS ref.:632.06H-20) que está fijado al plato superior mediante un utillaje, tal y como se muestra en la figura 3.

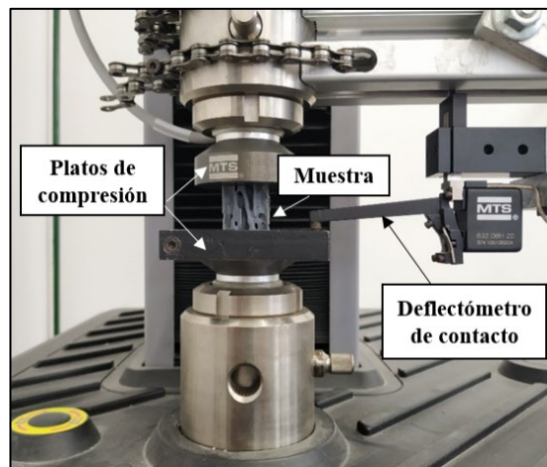


Figura 3: Configuración experimental utilizada para realizar los ensayos a compresión.

2.5. Modelo de elementos finitos y criterio de fallo

En este trabajo, desarrollamos un modelo de elementos finitos que describe con precisión la arquitectura trabecular de la muestra, con el objetivo de utilizarlo de herramienta para estimar propiedades elásticas y de fallo.

La malla del modelo se ha desarrollado a partir de las imágenes micro-CT segmentadas (ScanIP, Simpleware, UK) y está compuesto por 67725 nodos y 224369 elementos tetraedros lineales (código C3D4 en Abaqus).

Las propiedades materiales del modelo se obtienen de forma inversa, se calibran utilizando la respuesta de los ensayos a compresión para las tres direcciones principales y la respuesta del modelo numérico. Además, para reproducir la respuesta no lineal hasta el fallo de la muestra, utilizamos un modelo de fallo de degradación de las propiedades elásticas. Dicho modelo de fallo se define en función de la deformación equivalente, ecuación (1).

$$\varepsilon_{eq} = \sqrt{\frac{2}{3}} \varepsilon_{ij} \varepsilon_{ij} \quad (1)$$

En régimen cuasi estático, la expresión isótropa que define la elasticidad en el marco de la mecánica del daño continuo se expresa por la ecuación (2).

$$\sigma_{ij} = (1 - D) C_{ijkl} \varepsilon_{kl} \quad (2)$$

Donde D es la variable de daño, σ_{ij} y ε_{kl} son los tensores de tensiones y deformaciones y C_{ijkl} es el tensor de rigidez del material intacto. Asumimos que la variable de daño D evoluciona siguiendo la ecuación 3 [10,11].

$$D = \begin{cases} 0 & \varepsilon_{eq} \leq \varepsilon_y \\ 0.95 \left(\frac{\varepsilon_{eq}}{\varepsilon_f} \right)^2 & \varepsilon_y < \varepsilon_{eq} < \varepsilon_f \\ 0.95 & \varepsilon_{eq} \geq \varepsilon_f \end{cases} \quad (3)$$

donde ε_y representa la deformación de inicio de fallo y ε_f hace referencia a la deformación de fallo completo y se corresponde con una degradación de la rigidez de un 95%.

3. RESULTADOS Y DISCUSIÓN

3.1. Respuesta a compresión registrada en los ensayos

Los resultados obtenidos tras someter a las muestras a cargas cuasiestáticas de compresión en cada una de las tres direcciones ortogonales de la muestra (con arreglo a los ejes indicados en la figura 2) se muestran en la figura 4.

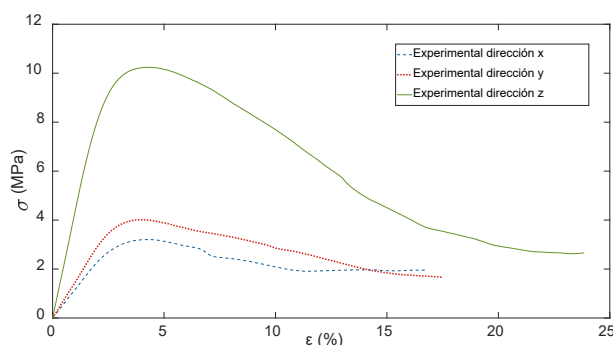


Figura 4: Respuesta experimental de las muestras de PLA en cada una de las direcciones con arreglo al sistema de referencia de la figura 2.

De la figura anterior se puede observar que la respuesta experimental obtenida en las dos direcciones transversales es similar, mientras que en la dirección longitudinal z , que coincide con la dirección de fabricación, es la más rígida, tal y como se muestra en la tabla 1. Este comportamiento se ve respaldado por las características de la microestructura de la muestra, ya que en las direcciones transversales encontramos mayoritariamente entramado de puntales, mientras que en la dirección longitudinal predomina la estructura tipo placa.

Tabla 1. Resultados de tensión máxima (σ_f) de la curva tensión – deformación, deformación a la tensión máxima (ε_f) y módulo de elasticidad aparente a compresión (E_{app}) para cada una de las direcciones de ensayo.

	Dirección x	Dirección y	Dirección z
σ_f (MPa)	3.21	4.01	10.24
ε_f (-)	0.043	0.039	0.042
E_{app} (MPa)	115.35	144.27	432.38

El comportamiento registrado en los ensayos indica un comportamiento ortótropo, que se acerca a transversalmente isotrópico por las pequeñas diferencias registradas en cuanto a rigidez a compresión en las direcciones x e y .

Es fundamental caracterizar la arquitectura que resiste la carga en cada una de las direcciones para poder analizar el comportamiento de la estructura trabecular. En la dirección preferente de crecimiento del hueso, dirección longitudinal z , encontramos principalmente placas, mientras que en las direcciones transversales tenemos entramado de puntales.

Dichas características microestructurales influyen, además, en la tensión máxima a compresión, que se relaciona de forma aproximadamente lineal con el módulo de elasticidad aparente a compresión, tal y como se observa en la Figura 5. Esta relación se ha observado en otros trabajos sobre estructuras reticuladas o porosas [2,11,12] y tiene como gran ventaja que, para estimar la carga de fallo de una estructura de este tipo, sería suficiente con estimar su módulo de elasticidad aparente.

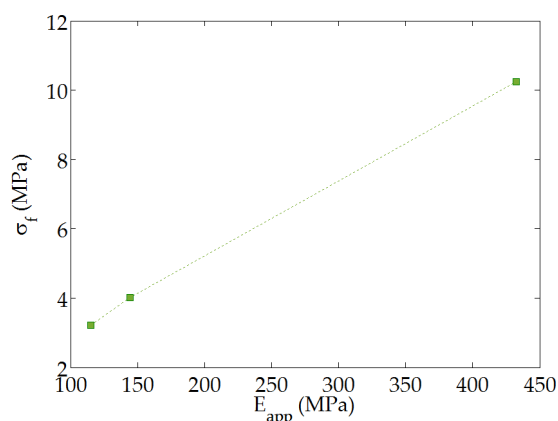


Figura 5: Relación entre el módulo de elasticidad aparente a compresión experimental y la tensión de fallo.

Por otro lado, los resultados de las deformaciones de fallo de los ensayos muestran poca variación, indicando que esta propiedad puede estar acotada, aspecto que ha sido reportado en otros trabajos para muestras de hueso trabecular [11].

En este trabajo, la dirección de deposición del material en la fabricación mediante impresión 3D se ha realizado en el plano xy (en la cama caliente de la impresora 3D) y conforme se van depositando las capas de material, la cama va disminuyendo su cota en el eje z , aumentando así la distancia entre la cama caliente y el extrusor. Por tanto, sería relevante realizar un estudio sobre la influencia que tiene el efecto de la dirección de fabricación sobre la pieza producida. Sin embargo, en este trabajo no se ha cuantificado este efecto.

3.2. Estimación de propiedades elásticas y de fallo respecto a las tres direcciones principales

En este apartado, se ha utilizado la respuesta experimental para calibrar el modelo numérico de elementos finitos. En la figura 6 se muestra la comparación de la respuesta experimental y numérica para cada una de las direcciones de la muestra, representando en trazo continuo la respuesta experimental de cada dirección y en trazo discontinuo la respuesta numérica obtenida con los valores de la tabla 2. Como se puede observar, los modelos numéricos que hemos realizado captan con una gran aproximación en cada una de las tres direcciones tanto el momento donde se produce el inicio del fallo como el punto de máxima tensión de cada una de ellas.

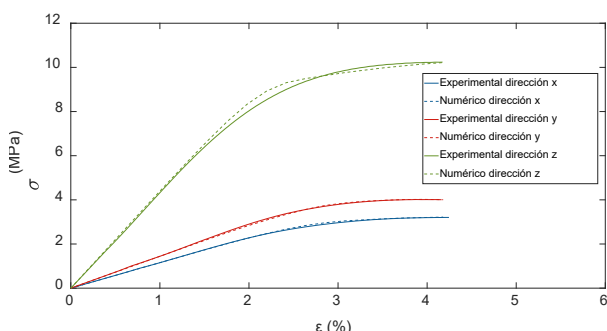


Figura 6: Respuesta experimental de las muestras de PLA en cada una de las direcciones.

Los valores del módulo de Young inferidos por calibración inversa en cada una de las tres direcciones se muestran en la tabla 2. Respecto a la calibración de la respuesta lineal, como se puede observar, el módulo de Young mayor es el de la dirección longitudinal z con un valor de 2632 MPa, mientras que para las direcciones transversales x, y se reduce un 25%. Se han obtenido valores similares para los módulos de Young para las direcciones transversales, siendo 2138.8 MPa para la dirección x y 2093.4 MPa para la dirección y. Por tanto, la mayor rigidez la encontramos en la dirección longitudinal, en la que crece preferentemente el hueso, en la que predomina la estructura tipo placa y que coincide con la dirección de deposición del material en el proceso de fabricación de la impresora 3D.

Tabla 2. Resultados de la deformación de inicio de fallo (ϵ_y), la deformación fallo completo (ϵ_f) y el módulo de Young para cada una de las direcciones de ensayo.

	Dirección x	Dirección y	Dirección z
$\epsilon_y(-)$	0.052	0.054	0.03
$\epsilon_f(-)$	0.5	0.27	0.2
$E_{\text{calibrado}}(\text{MPa})$	2138.8	2093.4	2632

Tras estimar los módulos de elasticidad, procedemos a estimar los valores de las deformaciones de inicio de fallo (ϵ_y) y de fallo completo (ϵ_f). En este trabajo, se ha

utilizado el criterio de fallo de máxima deformación equivalente para evaluar el fallo de las muestras fabricadas en PLA. En primer lugar, se definen las deformaciones de inicio de fallo ϵ_y , situando así el inicio del fallo en nuestro modelo numérico. Si analizamos los resultados obtenidos, que se muestran en la tabla 2, las deformaciones de inicio de fallo ϵ_y son prácticamente iguales para las direcciones transversales, siendo 0.052 para la dirección x y 0.054 para la dirección y. Sin embargo, observamos una diferencia notable con la dirección longitudinal z para la cual tenemos una deformación de inicio de fallo de 0.03. Las diferencias encontradas pueden deberse a la dirección de fabricación de la muestra, lo que indicaría que la deposición del material reduce la capacidad de resistir deformaciones antes del fallo respecto a dicha dirección de ensayo.

Respecto a las deformaciones de fallo completo, tenemos valores diferentes para cada una de las direcciones. Para la dirección transversal x tenemos un valor de 0.5, para la dirección transversal y es de 0.27 y para la dirección longitudinal z es de 0.2. Por tanto, encontramos una mayor variabilidad respecto a esta variable, cosa que también se ha observado en otros trabajos sobre hueso trabecular [11,13].

Otra diferencia detectada entre la dirección de fabricación y las transversales aparece en la penalización de la rigidez, en el modelo de daño. Para que los modelos reproduzcan la respuesta de los ensayos, el inicio de la penalización que se ha aplicado a las dos direcciones transversales es más severo que la utilizada para la dirección longitudinal, como se muestra en la figura 7. Sin embargo, se puede observar como el final de la penalización del fallo es igual para todas las direcciones de la muestra.

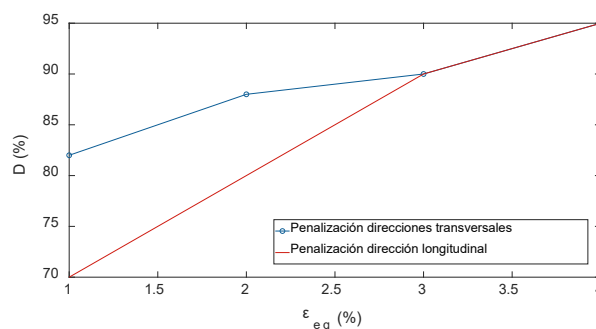


Figura 7: Evolución de la variable de daño D utilizada para reproducir la respuesta experimental respecto a la dirección de fabricación (longitudinal) y las transversales.

Gracias a estos ajustes, nuestros modelos numéricos reproducen la respuesta experimental de las muestras bio-inspiradas de PLA bajo cargas de compresión cuasiestáticas. Las propiedades estimadas gracias a los modelos desarrollados pueden ser usadas en otros modelos de estructuras reticuladas o alveoladas obtenidas por fabricación aditiva.

4. CONCLUSIONES

En el presente trabajo, se ha estudiado el comportamiento mecánico de una muestra de hueso trabecular obtenida mediante fabricación aditiva utilizando ensayos experimentales y simulaciones numéricas. Los modelos numéricos de elementos finitos se han utilizado como herramienta para poder estimar tanto los módulos de Young como las deformaciones de inicio de fallo ϵ_y y de fallo completo ϵ_f partiendo de la respuesta experimental. Se han detectado diferencias en los parámetros estimados, que coinciden con la dirección de fabricación. En primer lugar, la dirección de fabricación, longitudinal z , es la más rígida de las tres (un 25% mayor, 2632 MPa), es la dirección en la que crece preferentemente el hueso y en la dirección en la que predomina la estructura tipo placas, mientras que para las direcciones transversales se han obtenido valores similares entre sí (2138.8 MPa para la dirección transversal x , y 2093.4 MPa para la dirección transversal y).

Por otro lado, se han obtenido deformaciones de inicio de fallo ϵ_y similares para las dos direcciones transversales, siendo 0.052 para la dirección x y 0.054 para la dirección y , mientras que, en la dirección z , el inicio de fallo sucede a una deformación ϵ_y de 0.03.

Por último, ha sido necesario penalizar de forma diferente el fallo respecto a la dirección de fabricación para poder reproducir la respuesta experimental con los modelos numéricos. La penalización utilizada para las dos direcciones transversales ha sido la misma, mientras que para la dirección longitudinal se ha penalizado el inicio de fallo de forma menos severa, cosa que resalta la influencia de la dirección de fabricación en el comportamiento mecánico de la muestra.

En este trabajo se han supuesto propiedades isotropas a nivel de tejido, considerándolas independientes de la dirección de fabricación. Tal y como se ha mencionado anteriormente, sería interesante como trabajo futuro realizar un estudio de la influencia que tiene la dirección de fabricación en el comportamiento mecánico de las muestras obtenidas por fabricación aditiva. Para realizar este estudio se fabricarán y ensayarán un mayor número de muestras para poder confirmar los resultados que hemos obtenido en el presente trabajo.

Finalmente, de este trabajo podemos extraer algunos posibles trabajos futuros como, por ejemplo, variar los parámetros de fabricación. Con esta variación se abre un amplio abanico de posibilidades en el que se puede variar el porcentaje de relleno para estudiar la influencia de la porosidad en el comportamiento mecánico de las muestras.

AGRADECIMIENTOS

Los autores desean agradecer la financiación recibida desde el Ministerio de Ciencia e Innovación, en el

contexto del proyecto DPI2017-89197-C2-2-R, al programa FEDER y a la Generalitat Valenciana, en el contexto del Plan FDGENT 2018 GVA.

REFERENCIAS

- [1] Cowin S. C., Biomechanics of trabecular bone, Boca Raton, Florida, CRC Press, ISBN 9780849391170 (2001)
- [2] Keaveny T. M., Morga e. F., Niebur G. L. Yeh O. C., Biomechanics of trabecular bone, Annual Review of Biomedical Engineering, 3, 307-33 (2001)
- [3] Syam W. P., Jianwei W. Zhao B., Maskery I., elmadih W., Leach R., Design and analysis of strut-based lattice structures for vibration isolation, Precision Engineering, 25, 494-506 (2018)
- [4] Johnson A. E., Keller T. S., Mechanical properties of open-cell foam synthetic thoracic vertebrae, Journal of Materials Science: Materials in Medicine., 19 (3), 1317-23 (2008)
- [5] Reginster J. Y., Buerlet N., Osteoporosis: a still increasing prevalence, Bone, 38, S4-S9 (2006)
- [6] Gold D. T., The nonskeletal consequences of osteoporotic fractures: Psychologic and social outcomes, Rheumatic Disease Clinics of North America, 27 (1), 255-62 (2001)
- [7] Kumar N., et al., Mimicking high strength lightweight novel structures inspired from the trabecular bone microarchitecture, Philosophical Transactions of the Royal Society A, 378, 20190448 (2019)
- [8] Wang P., et al., Simultaneously constructing nanotopographical and chemical cues in 3D-printed polylactic acid scaffolds to promote bone regeneration, Materials Science and Engineering C, 118, 111457 (2021)
- [9] Maidin S., Loo H. S., Alkahari M. R., Samat K. F., Yahaya S. H., Bone scaffold geometrical design and material selection by using analytical hierarchy process for additive manufacturing process, Penerbit UTM Press (2015)
- [10] Hambli R. Micro-CT finite element model and experimental validation of trabecular bone damage and fracture, Bone, 56, 363-74 (2013)
- [11] Belda R., Palomar M., Peris-Serra J.L., Vercher-Martínez A., Giner E., Compression failure characterization of cancellous bone combining experimental testing, digital image correlation and finite element modeling, Int J Mech Sci, 165, 105213 (2020)
- [12] Marco M., Belda R., Miguélez M.H., Giner E., Numerical analysis of mechanical behaviour of lattice and porous structures, Compos Struct, 261, 113292 (2021)
- [13] Wolfram U., Wilke H.J., Zysset P.K., Damage accumulation in vertebral trabecular bone depends on loading mode and direction, J Biomech, 44, 1194-99 (2011)

MECHANICAL BEHAVIOUR UNDER THREE POINT BENDING UNTIL FRACTURE OF BONE AND SIMULANT MATERIALS

Diego Infante-García¹, Mario Álvarez¹, Miguel Marco¹, M. Henar Miguélez¹, Eugenio Giner²

¹ *Department of Mechanical Engineering, Universidad Carlos III de Madrid, Avda. de la Universidad 30, 28911 Leganés, Madrid, Spain*

² *Instituto Universitario de Ingeniería Mecánica y Biomecánica – I2MB, Department of Mechanical and Materials Engineering, Universitat Politècnica de València. Camino de Vera, 46022 Valencia, Spain*

RESUMEN

El objetivo de este trabajo es estudiar la viabilidad de utilizar la impresión 3D de un polímero biodegradable (ácido poliláctico, PLA) para la fabricación de simulantes de hueso. Se pretende aplicar los simulantes de hueso en el desarrollo de modelos para experimentación de protecciones balísticas personales y estudios forenses. La metodología de trabajo utilizada en este trabajo comienza por el escáner 3D de la superficie de varios especímenes de costillas de cerdo que se toman como referencia de comportamiento mecánico similar al del hueso humano. A continuación, se han fabricado las correspondientes probetas de costillas de PLA utilizando diferentes parámetros de fabricación. Por último, se han ensayado todos los especímenes y probetas hasta la fractura en flexión a 3 puntos bajo condiciones cuasi estáticas. Además, se han realizado diferentes modelos numéricos para estimar los campos de tensiones en las diferentes muestras, así como para validar los parámetros de fallo del material. En algunos casos, los simulantes han demostrado tener un comportamiento mecánico a fractura similar a los especímenes de cerdo a nivel macroscópico. Sin embargo, los resultados evidencian la necesidad de una optimización más precisa de los parámetros de fabricación que son influyentes en las propiedades mecánicas.

PALABRAS CLAVE: Fabricación aditiva, PLA, simulantes, hueso.

ABSTRACT

The objective of this work is to study the feasibility of using 3D printing of a biodegradable polymer (polylactic acid, PLA) for the manufacture of bone simulants in order to develop experimental models of personal ballistic protections and forensic studies. The work methodology used in this work starts with the 3D scanning of the surface of several specimens of porcine ribs that are taken as a reference of the human bone mechanical behaviour. Next, the corresponding PLA rib specimens were manufactured using different manufacturing parameters. Finally, all specimens have been subjected to three-point bending tests under quasi-static conditions. In addition, different numerical models have been developed to estimate the stress fields in the different samples, as well as to validate the failure parameters of the material. In some cases, simulants have shown a similar mechanical fracture behaviour to porcine specimens at the macroscopic level. However, the results show the need for a more precise optimization of the manufacturing parameters that have an influence on the mechanical properties.

KEYWORDS: Additive manufacturing, PLA, simulants, bone.

1. INTRODUCTION

From a mechanical point of view, bone can be classified as a composite material which is mainly composed by two distinct tissues: cancellous and cortical bone. Due to the different microstructural architecture of both tissues, mechanical behaviour of bone is anisotropic and presents a heterogeneous local response. In general, mechanical properties of bone tissues are related to apparent density and strain rate [1].

Human artificial bone development is significantly interesting from a biomechanical point of view due to its application to evaluate new osteosynthesis techniques

and personal protection equipment prototypes or even for medical training. The use of real bone samples is usually an expensive and cumbersome process, requiring the approval by local ethic committees and volunteers [2].

Most bone simulants are made from polymers via injection moulding. Polylactic acid (PLA) can be made by additive manufacturing, a recent developed technique that is able to produce complex geometries from 3D model data requiring few resources. However, as a disadvantage, the mechanical behaviour of Fused Deposition Modelling (FDM) PLA components is not fully controlled nowadays.

PLA is a biodegradable thermoplastic polymer. Its failure is presented through shear bands and crazing. Experimental results are significantly influenced by temperature and strain rate (from brittle to ductile fracture), and also by FDM process parameters, such as layer height, orientation (anisotropy) and filament deposition path (infill or wall, top and bottom layers) [3,4].

In this work, the validation of PLA for the manufacturing of bone simulants is studied. Specimens of porcine ribs are assumed as a reference of the human bone mechanical behaviour, manufacturing the corresponding PLA simulants to compare their mechanical properties in a three-point bending test and tensile test under quasi-static conditions. Furthermore, numerical models are developed to estimate stress fields and validate failure parameters of the samples.

2. MATERIALS AND METHODS

2.1. Material properties, specimen preparation, and manufacturing process

Porcine rib specimens

Two porcine ribs of different sizes were chosen for the study. In order to preserve the properties of the ribs intact as much as possible, soft tissues were removed. Furthermore, samples were held wrapped in hydrated gauzes with physiological serum at sub-zero temperatures until testing. The 3D geometrical models needed for the PLA simulants manufacturing were taken from the optical scanning of their surfaces, by the HP 3D Structured Light Scanner Pro S3 with dual camera.



Figure 1. Porcine rib specimens and PLA simulants made through FDM.

Polylactic acid specimens

All specimens were made of the same white PLA filament with a diameter of 2.85 mm whose base material is the resin 9051-89-2 (BCN 3D). Samples were manufactured via FDM in an Epsilon W50 3D printer. Three different types of specimens were manufactured: simulants of the porcine ribs (see Figure 1), a dog-bone shape specimen, and rectangular prisms (see Figure 2) and. The PLA specimen dimensions for tensile and flexural tests were designed following the standard UNE-EN ISO 527-1 and UNE-EN ISO 178, respectively.

Fixed process parameters used during additive manufacturing are shown in Table 1.

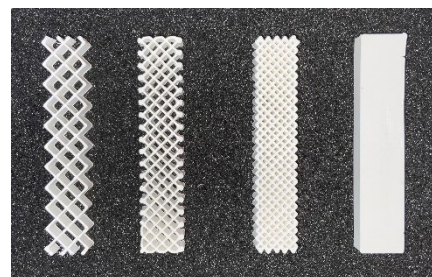


Figure 2. From left to right: prismatic specimens with 30%, 50%, 75% and 100% infill density without outer shells.

Table 1. Summary of PLA filament properties provided and fixed process parameters (provided by supplier).

Parameter	Value
Density [g/cm ³]	1.24
Elastic modulus [GPa]	3.12
Layer height [mm]	0.4
Liquefier temperature [°C]	200
Bed temperature [°C]	45
Deposition speed [mm/min]	40
Nozzle diameter [mm]	1

Three dog bone specimens with a cross-section of 4x10 mm were manufactured using a 100% infill density with a linear pattern and only an outer shell of 0.8 mm to limit failure at the neck. Figure 3 shows a sketch of the filament orientation after positioning (plane XY represents the printing bed) where the filaments are deposited parallel to the X-axis. Note that the sketch does not represent the real specimen dimensions and real deposited filament cross-section.

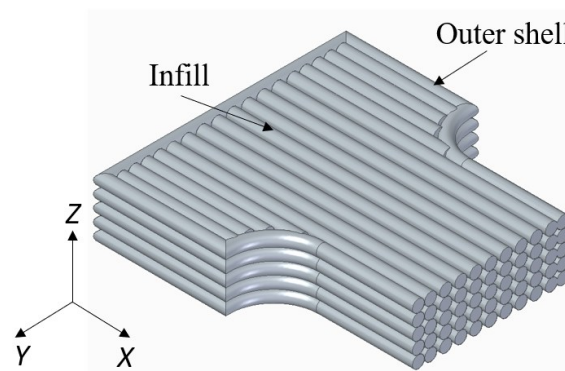


Figure 3. Schematic representation of half dog-bone specimen with the printing orientation (not scaled).

In addition, rectangular prisms with principal dimensions of 100x20x10 mm were manufactured using different FDM process parameters (see Table 2). The infill pattern used for densities below 100% was a rectangular grid

with the rectangles orientated 45° with respect to the X-axis as shown in Figure 2 and 4. Top and bottom pattern infill was linear and aligned with the X-axis. Shell thickness was set to 0.8 mm.

Table 2. FDM process parameters tested for the manufacturing of flexural prismatic specimens (Test code XR) and porcine simulants (test code XS).

Test	Infill density [%]	Outer shells	Top/bottom layers
1R	100	0	0
2R	75	0	0
3R	50	0	0
4R	30	0	0
5R	75	1	2
6R	50	1	2
7R	30	1	2
8R	75	2	4
9R	50	2	4
10R	30	2	4
11S	100	0	0
12S	50	2	4
13S	30	2	4
14S	50	1	2
15S	30	1	2

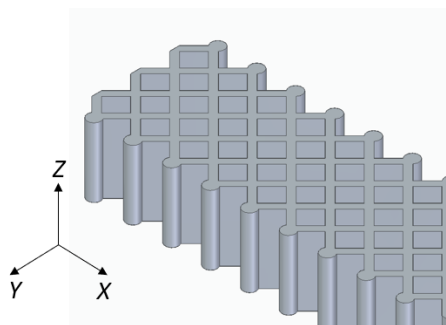


Figure 4. Schematic representation of the infill pattern of rectangular specimen (50% density 0 outer shells).

Lastly, specimens with the two scanned porcine rib geometries were manufactured using different FDM process parameters as well as the prismatic specimens (see Table 2). Figure 5 shows the rib orientation during the additive manufacturing process.

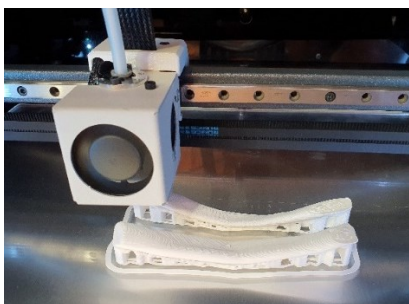


Figure 5. Additive manufacturing of PLA porcine ribs simulants.

2.2 Experimental testing procedure

Experimental tests were performed in an electromechanical testing machine (Instron 3366). Tensile tests were performed in the dog-bone shape specimens and three-point bending tests in the rest of the specimens. An axial clip-on extensometer (Instron 2630-107) was used to measure the displacement during tensile tests. All tests were repeated three times and were carried out under displacement-controlled conditions at 1 mm/min. Span between pins was set to 64 mm for porcine rib specimens and PLA rib simulants and 80 mm for prismatic specimens (see Figure 6). Component coincident face (plane-XY) with printing bed was located at the bottom of the three-point bending test (tensile stress surface).



Figure 6. Three-point bending test of a porcine rib and PLA simulant.

2.3 Numerical models

Finite element (FE) models were developed for prismatic flexural specimens using Abaqus. Interior infill geometry and outer shells were modelled using hexahedral elements of size 0.25 mm. Furthermore, pins were modelled using analytical rigid surfaces. A frictionless hard-contact algorithm with surface-to-surface was used for modelling the contact between pins and specimen. The model was simplified to a quarter due to symmetry conditions. The constitutive model used was an elastic model with Young’s modulus 3.8 GPa and Poisson’s ratio 0.36. In addition, a classical isotropic elastoplastic material was also considered with the uniaxial stress-strain relationship obtained in tensile tests.

3. RESULTS

3.1 Experimental tests

Tensile tests

All tensile specimen failure initiated with shear banding in a plane parallel to the principal shear stress plane at 45° from the tensile axis loading. Next, a neck was developed between the shear bands. Lastly, a void usually initiated at the centre of the specimen or close to a manufacturing defect propagate asymmetrically to the lateral surfaces and oriented in a plane perpendicular to the loading direction of the specimen as shown in Figure 7.

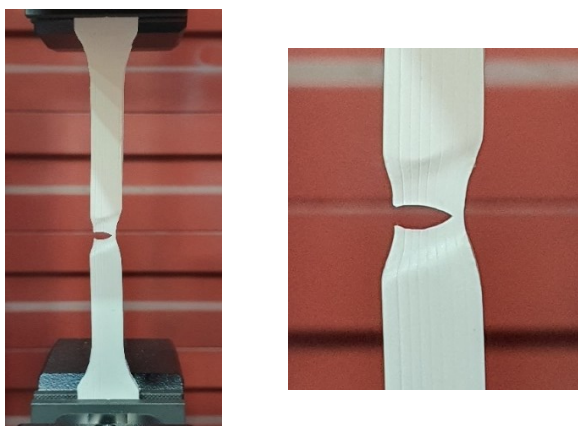


Figure 7. Picture of a PLA specimen tensile test.

Figure 8 shows the cross-section of the specimen before testing and the fractured cross-section after tensile testing. It can be seen that the cross-section filament after deposition is close to an ellipse and the porosity introduced due to FDM process. In Figure 8 right, it can be also observed that the microporosity is reduced due to striction and neck development.

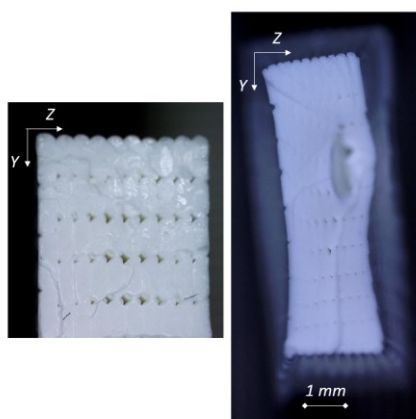


Figure 8. Left: Cross-section of a dog bone specimen. Right: Ductile fracture surface observed after tensile testing.

Figure 9 shows the stress-strain relationship measured for the three dog-bone shaped specimens tested. The

measured elastic modulus was 3.84 GPa with a standard deviation (SD) of 0.20 GPa and a tensile strength 61.75 with SD 1.45 MPa.

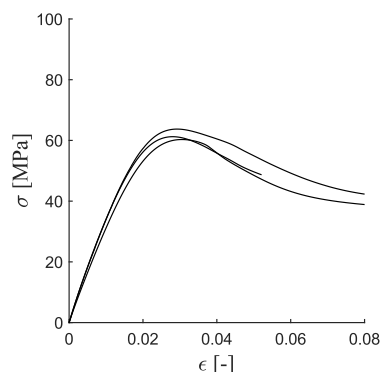


Figure 9. Uniaxial stress-strain relationships of three dog-bone specimens made from PLA via FDM.

Three-point bending tests

Table 3 presents the values obtained in the rectangular prismatic specimens being E_{ap} the apparent flexural elastic modulus calculated using the Euler–Bernoulli beam theory, K the flexural stiffness and F_{max} the force strength (all tests were repeated, but differences were lower than 2% in all cases). Note that the flexural modulus obtained for the 100% infill density is the same as for tensile tests. It can be observed that the infill density and number of outer shells significantly affect E_{ap} and K .

Table 3. Mean results obtained for the different manufacturing parameters tested in prismatic specimens under three-point bending.

Test	E_{ap} [MPa]	K [N/mm]	F_{max} [N]
1R	3807.00	594.84	1769.16
2R	967.58	151.18	394.45
3R	193.47	30.23	151.72
4R	57.88	9.04	73.72
5R	2132.41	333.19	920.78
6R	1934.16	302.21	779.12
7R	1707.60	266.81	710.98
8R	3070.54	479.77	1270.11
9R	2810.14	439.08	1177.18
10R	2357.92	368.43	1100.37

Regarding the two porcine ribs samples, Figure 11 shows a specimen after failure under three-point bending tests. In most of the tests of PLA and porcine ribs, incomplete fractures were obtained such as in Figure 11. The mean force strength was 635.10 N with a SD of 7.70 N and mean flexural stiffness 488.60 with a SD of 88.16 N/mm. The standard deviation between the two samples in K was higher than in F_{max} .

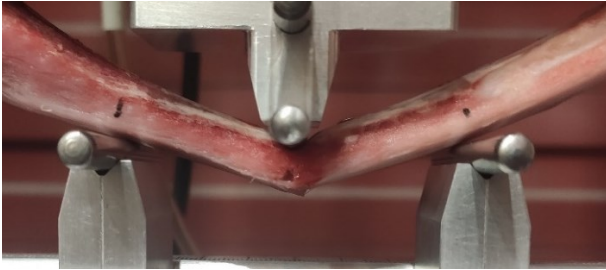


Figure 11. Failure of a porcine rib specimen after three-point bending.

The force deflection curves for one of the rib specimens (real bone and PLA simulant) are shown in Figure 10. As it can be seen, PLA specimens are usually more resistant than bone and less stiff. We can observe that differences obtained between real specimens and simulants are below 50% for most cases.

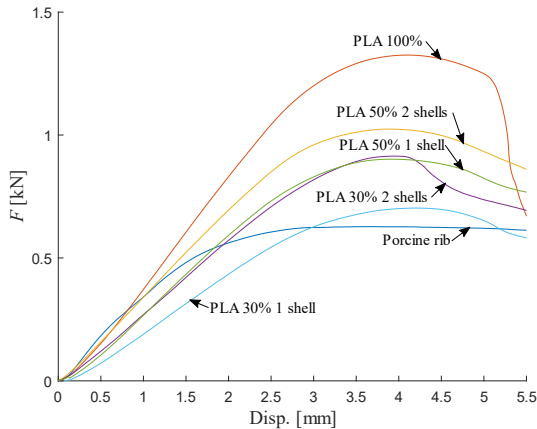


Figure 10. Force-deflection curves for one of the porcine specimens and simulants made of PLA.

Table 3. Mean relative differences between flexural stiffness and force strength between real porcine ribs and porcine ribs made from PLA via FDM with different manufacturing parameters.

Test	Mean ΔK [%]	SD ΔK [%]	Mean ΔF_{max} [%]	SD ΔF_{max} [%]
11S	34.75	35.59	110.46	0.78
12S	0.26	22.11	61.07	2.17
13S	-17.50	20.54	40.82	4.87
14S	-12.45	17.98	44.31	0.59
15S	-35.70	15.55	10.65	1.38

3.2 Numerical results

Elastic FE models were able to predict the flexural stiffness for different prismatic specimens printed with different manufacturing process and fully detailed with the actual infill geometric structure (see Figure 12).

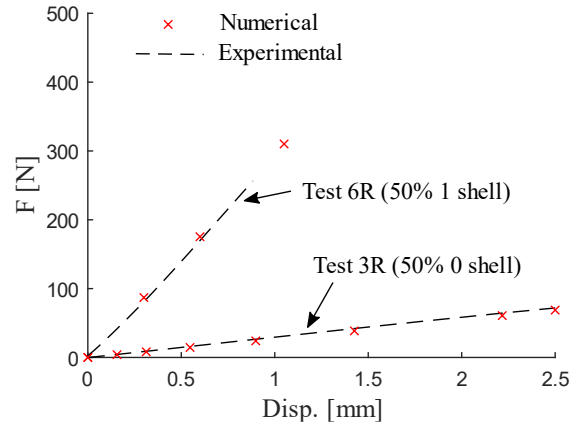


Figure 12. Experimental force displacement curve (dotted line) and predicted via elastic FE modelling (cross markers) for prismatic specimens with 1 shell and 0 shell with 50% density.

In addition, elastic-plastic analyses were able to predict initiation failure at the traction surface as shown in Figure 13. It can be observed that failure at three-point bending begins with the formation of crazes at the tensile face of specimens in multiple points located close to the stress raiser produced by the infill pattern at the middle of the specimen. The craze formation starts after significant local necking of the outer shell at these points. Next, crazes grow until joining in one developed crack. Figure 13 shows the predicted equivalent plasticity (PEEQ) at the tensile surface (left) and a cut view (right). The predicted local maximum PEEQ agrees with the experimental observation of craze location.

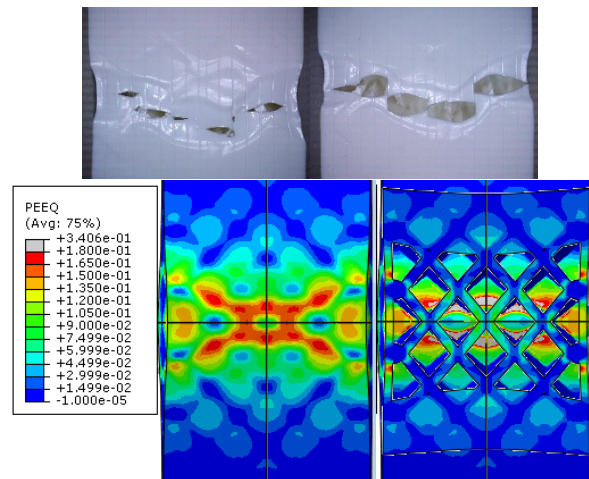


Figure 13. Tensile surface and craze evolution at two different instants during three-point bending of prismatic specimen with 1 shell and 50% density (top) and equivalent plasticity colour map predicted via FE analysis for the same conditions (bottom).

4. CONCLUSIONS

PLA standard samples with different additive manufacturing process parameters and porcine ribs are analysed to study the mechanical behaviour and failure.

Three-point bending tests and tensile tests are carried out under quasistatic conditions for this purpose. Comparing the mechanical properties such as the flexural stiffness and force strength of the bone specimens and PLA samples, experimental results demonstrated that the additive manufacturing of this polymer can be an option to simulate porcine and/or human ribs under bending conditions. However, in future research, other additive manufacturing parameters must be tested and analysed to achieve a more accurate adjustment of the mechanical response of PLA simulants, including the consideration of other boundary conditions.

ACKNOWLEDGEMENTS

The authors gratefully acknowledge the funding support received from the Spanish Ministerio de Ciencia e Innovación and the FEDER operation program for funding the projects DPI2017-89197-C2-1-R and DPI2017-89197-C2-2-R. The authors also acknowledge the funding support received from the Comunidad de Madrid of Spain through the project IND2020/IND-17413.

REFERENCES

- [1] M. Nordin, V. H. Frankel. Basic biomechanics of the musculoskeletal system (2012), 25-38.
- [2] S. K. Dalton, G. R. Bauer, B. M. Lamm, H. J. Hillstrom & S. J. Spadone. Stability of the offset V osteotomy: effects of fixation, orientation, and surgical translocation in polyurethane foam models and preserved cadaveric specimens. *The Journal of foot and ankle surgery* (2003), 42(2), 53-62.
- [3] S. Garzón. Connecting 3D printing parameters and mechanical properties of FDM polymers: Experiments and modelling. PhD Thesis. Universidad Carlos III de Madrid: Madrid (2019).
- [4] S. Garzón-Hernández, A. Arias, D. García-González. A continuum constitutive model for FDM 3D printed thermoplastics. *Composites Part B* (2020) 201: 108373.

DETERMINACIÓN DE LA TENSIÓN DE ROTURA DE HUESOS COMBINANDO ENSAYOS MECÁNICOS Y MICROTOMOGRAFÍA COMPUTARIZADA

J.Aldazabal^{1*}, A. Bergara^{1,2}, M. Stephen³, K. López Linares-Román^{3,4}, Clara I. Rodríguez⁵

¹ Tecnun - Universidad de Navarra, Manuel Lardizabal 13, 20018 San Sebastián, España.

² CEIT-Basque Research and Technology Alliance (BRTA), Manuel Lardizabal 15, 20018 Donostia / San Sebastián

³ Vicomtech Foundation, Donostia-San Sebastián, España.

⁴ Biodonostia, Donostia-San Sebastián, España

⁵ Biocruces Bizkaia Health Research Institute, Hospital Universitario de Cruces, Plaza de Cruces S/N, 48903 Barakaldo, Bizkaia, España

* Persona de contacto: jaldazabal@tecnun.es

RESUMEN

La determinación de la carga capaz de soportar un hueso se puede medir experimentalmente, en principio, mediante un ensayo de tracción convencional. Sin embargo, y dada la compleja geometría del hueso, así como las dificultades para su fijación en una máquina de tracción hace muy difícil la medida directa de la tensión de rotura mismo. Estas dificultades hacen que sea frecuente la determinación de las propiedades de dichos materiales mediante ensayos de flexión en 3 puntos.

Para determinar las propiedades mecánicas de los huesos mediante ensayos de flexión requiere del conocimiento no solo de los registros carga-desplazamiento obtenidos durante los ensayos sino también de la geometría de estos. En este trabajo se ha propuesto un método para determinar las propiedades mecánicas de huesos combinando ensayos mecánicos con técnicas de micro-tomografía computarizada. En este trabajo se ha realizado un ensayo bio-mecánico sobre un fémur de ratón del cual se conocía previamente su geometría. Dado el carácter frágil del hueso se ha supuesto un comportamiento elástico-lineal del mismo hasta el fallo. Una vez realizado el ensayo se ha determinado, a partir de la carga máxima alcanzada, la tensión máxima real que ha soportado empleando tanto las teorías clásicas de resistencia de materiales de vigas como técnicas de elementos finitos.

Como resultado de este trabajo se muestra la comparación entre los resultados obtenidos mediante la teoría de vigas, fácil de aplicar, y los modelos de elementos finitos, más costosos y complejos de aplicar.

PALABRAS CLAVE: Ensayos bio-mecánicos, huesos, tensión de rotura.

ABSTRACT

The determination of the load that a bone is capable of supporting can be measured experimentally, in principle, by means of a conventional tensile test. However, given the complex geometry of the bone and the difficulties in fixing it in a universal testing machine, direct measurement of the breaking stress itself is very difficult. These difficulties mean that the properties of these materials are often determined by means of 3-point bending tests.

To determine the mechanical properties of bones by 3-point-bending tests requires knowledge not only of the load-displacement recorded during tests but also of the geometry of samples. In this work, a method has been proposed to determine the mechanical properties of bones by combining mechanical tests with micro-computed tomography techniques. In this work, a bio-mechanical test has been performed on a mouse bone whose geometry was previously known. Given the fragile nature of the bone, a linear-elastic behaviour until failure was assumed. Once the test had been carried out, the real maximum stress it has withstood was determined from the maximum load reached, using both classical theories of strength of beam materials and finite element techniques.

As a result of this work, a comparison is shown between the results obtained using beam theory, which is easy to apply, and finite element models, which are more costly and complex to apply.

KEYWORDS: Bio-mechanical test, bone, fracture stress.

1. INTRODUCCIÓN

Las enfermedades y males asociados al sistema músculo-esquelético son una de las principales causas de minusvalías y dolores crónicos. Esto está relacionado con el alargamiento en la esperanza de vida de las sociedades modernas.

La regeneración del material óseo es un proceso fisiológico complejo y bien orquestado de reparación de tejidos, que se puede observar durante la curación normal de fracturas. Este proceso regenerativo está involucrado en la remodelación continua a lo largo de la vida adulta. Sin embargo, existen condiciones clínicas complejas en las que se requiere la regeneración de una gran cantidad de masa ósea. En otros casos, a causa de problemas en estos procesos la regeneración, no se genera nuevo tejido óseo de forma correcta. Casos más extremos son individuos con osteogénesis imperfecta, o también llamada enfermedad de los huesos de cristal, que presentan trastornos congénitos caracterizados por unos huesos excesivamente frágiles. En muchos de estos casos se ha de recurrir a fármacos o incluso a la ingeniería de tejidos.

Para comprobar la efectividad de los tratamientos aplicados en estos casos es necesario el poder cuantificar la resistencia mecánica antes y después del tratamiento [1]. Un ensayo de tracción de un hueso puede servir para medir directamente la carga capaz de soportar un hueso, y si se dispone de su geometría incluso la tensión de rotura [2]. Sin embargo, la realización de estos ensayos es compleja y costosa ya que la fijación de un hueso para realizar un ensayo de tracción sobre una máquina de ensayos universal no es trivial. Por esto, numerosos autores optan por emplear ensayos de flexión en tres puntos. En general de estos ensayos se reportan simplemente valores de cargas de rotura [3]. En alguno caso se estima la tensión real de fractura simplificando la geometría real del hueso por un tubo cilíndrico [4].

En este trabajo se ha estudiado y expuesto la metodología de trabajo para determinar la respuesta mecánica de huesos combinando ensayos de flexión en tres puntos y microtomografías computarizadas. Esta metodología se ha aplicado aquí al estudio de las propiedades de un fémur de ratón. La longitud aproximada del hueso ensayado ha sido de 15.7 mm.

2. PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL

En este apartado del trabajo se expone la metodología empleada para realizar los ensayos mecánicos para determinar la carga máxima que es capaz de soportar el hueso estudiado.

2.1 Preparación de las muestras

Una vez extraídas las muestras del animal se ha procedido a eliminar los posibles restos de piel con la ayuda de un bisturí. La pérdida de agua de los huesos modifica sus propiedades mecánicas [5]. Para evitar esta alteración de las propiedades mecánicas, la muestra, tanto recién extraída como limpia, se ha envuelto en una gasa empapada con agua y se ha conservado en un recipiente de plástico estéril y hermético.

El fémur estudiado se ha escaneado con un micro-CT *SkyScan1172* a un voltaje de 49 kV y empleando una corriente de 200 μ A. Se ha utilizado un tamaño de vóxel de 13,7 μ m. Durante el escaneo, se ha barrido la muestra con un ángulo de rotación de 0.3°. Para cada ángulo se han promediado 4 imágenes. El tiempo de exposición para cada imagen ha sido de 2130 ms. Para la reconstrucción del volumen 3D se ha utilizado el software *NRecon* desarrollado por *Bruker*. En la figura 1 se muestra una imagen del equipo empleado para la caracterización geométrica del hueso.



Figura 1. Equipo de micro-tomografía computarizada *SkyScan 1172* empleado para caracterizar la geometría del hueso ensayado.

2.2 Montaje experimental

Las propiedades biomecánicas se han obtenido mediante un ensayo de flexión en tres puntos. Este ensayo ha realizado fijando un yunque de flexión en tres puntos a una máquina de ensayo universal. El montaje experimental consiste en una máquina *Zwick/Roell* modelo *ZwickiLine Z1.0*. La célula de carga utilizada ha sido una *Zwick/Roell Xforce P* de 50 N. El software para el control de la máquina y el registro de datos ha sido el *Zwick/Roell testXpert III v1.4*. El yunque utilizado para realizar el ensayo de flexión en tres puntos consta de tres rodillos de acero inoxidable de 2.0 mm de diámetro. Los rodillos inferiores se han fijado a la parte inferior de la *ZwickiLine*. La distancia entre los ejes de estos dos rodillos ha sido de 8.0 mm. El rodillo móvil, centrado con respecto a los anteriores se ha fijado sobre la cruceta de la máquina, como se aprecia en la figura 2.

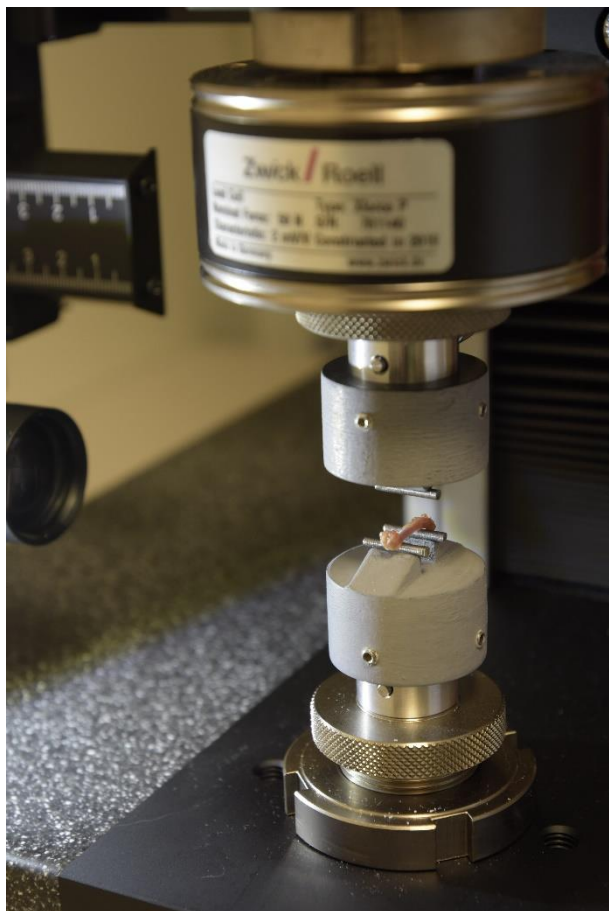


Figura 2. Montaje experimental empleado para medir la carga de rotura de los huesos de ratón.

Una vez colocado el hueso sobre los rodillos inferiores, el rodillo superior ha comenzado a moverse hacia abajo a 1 mm/min hasta que la pre-carga medida ha alcanzado 10 mN. Una vez alcanzada esta precarga, el sistema ha comenzado a mover el rodillo superior hacia abajo a 3 mm/min y a registrar la fuerza medida y el desplazamiento del rodillo.

3. MODELO MATEMÁTICO/COMPUTACIONAL

En este apartado del trabajo se expone la metodología empleada para la realización la modelización del comportamiento mecánico del hueso.

3.1 Caracterización geométrica

Como se ha comentado previamente, la geometría del hueso se ha obtenido mediante microtomografía computarizada. La resolución espacial del equipo empleada ha sido de 13.7 μm por vóxel. Una vez procesados los datos de tomografía se ha obtenido una representación geométrica de la densidad del hueso de $471 \times 471 \times 1211$ vóxeles. La geometría obtenida se ha empleado para determinar la tensión máxima sufrida en el hueso mediante dos técnicas diferentes, y que ha requerido de procesamientos diferentes. En cada uno de los métodos empleados se expone el tratamiento de estos

datos geométricos para determinar la tensión máxima sufrida por el hueso.

3.2 Modelo de teoría de vigas

En un primer lugar se propone un algoritmo para determinar la tensión máxima que sufre el hueso antes de su rotura. Para ello se ha desarrollado un programa en *Matlab* que procede de la siguiente manera:

Una vez determinada la posición del rodillo central se ha de importar en *Matlab* la imagen de la sección obtenida del programa de tomografía. Los diferentes grises de la imagen corresponden a las diferentes densidades de materia medidas. A esta sección concreta se le aplica un umbral del 20% del valor máximo para eliminar el ruido de fondo correspondiente a densidades bajas y así seleccionar solo el volumen de hueso.

Una vez limpiado el ruido de fondo de la imagen se ha calculado el centro de gravedad de la sección efectiva de hueso resultante. Así mismo también se ha calculado la orientación que resulta de un momento de inercia mínimo para la sección. Esta orientación es la que adopta de forma natural el hueso durante el ensayo. La figura 3 muestra la imagen de densidad obtenida por *Matlab* tras la eliminación del ruido e indicado en rojo el eje que corresponde al mínimo momento de inercia.

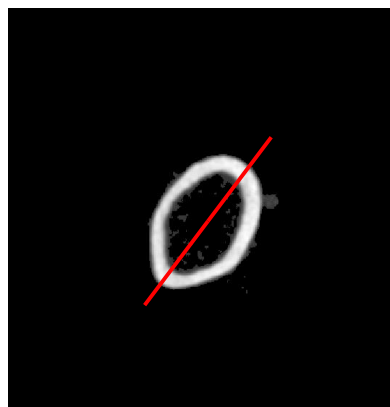


Figura 3. Sección transversal del hueso sobre la que se apoya el cilindro central durante el ensayo de flexión. La línea roja corresponde al eje de menor momento de inercia de la sección.

Una vez calculada la sección y el momento de inercia, al programa se le ha indicado la carga máxima que ha soportado el hueso durante el ensayo.

Empleando las teorías clásicas de vigas, se sabe que el máximo momento flector, M_{max} , que va a sufrir el hueso bajo el rodillo central es

$$M_{max} = \frac{P_{max} L}{4} \quad (1)$$

donde P_{max} corresponde a la fuerza máxima aplicada durante el ensayo y L es la distancia entre rodillos.

Conociendo este momento flector máximo se puede calcular la tensión que ha de transmitir cada elemento de la sección (voxel) para que en su conjunto satisfaga dicho momento. Para afinar los cálculos se ha supuesto que los elementos son capaces de transmitir una tensión directamente proporcional a su densidad, es decir, elementos poco densos transmiten cargas pequeñas y elementos densos y rígidos transmiten cargas grandes. Para realizar este cálculo no es necesario conocer las propiedades del hueso, siempre que se suponga elástico lineal.

3.3 Modelo de elementos finitos

Una vez se dispone de la tomografía del hueso lo primero que se ha hecho es extraer su volumen. Para ello se ha empleado el software *3DSlicer 4.11* y se ha aplicado un umbral de densidad para la detección del hueso. Este umbral ha sido determinado con el algoritmo de Otsu [6]. Tras determinar la geometría del hueso esta se ha exportado como una superficie como un fichero de tipo SLT con cerca de unos 3 millones de triángulos. Una vez generado este fichero, se ha centrado y orientado correctamente utilizando el software *MeshLab 2020.12*. Así mismo, se ha diezmado su tamaño para posteriormente importarlo al código de elementos finitos *Z88Aurora*. El mallado dentro de *Z88Aurora* se ha realizado empleando tetraedros lineales generados con el mallador *NetGen* con una resolución de 0.1. La figura 4 muestra geometría original del hueso y el mallado final empleado para el cálculo de las tensiones mediante elementos finitos. En la imagen central, con una opacidad del 40%, se aprecia su estructura interna hueca del hueso.



Figura 4. Geometría del hueso original extraída mediante *3DSlicer 4.11* Como una superficie (arriba), con una opacidad del 40% (medio) y la malla empleada para el cálculo por elementos finitos.

La resolución de las tensiones se ha realizado empleando la rutina SICCG. La tensión máxima que ha soportado el hueso se ha determinado como la máxima tensión

obtenida en la parte inferior de hueso, en la zona central situada entre los dos rodillos y bajo el rodillo central.

4. MEDIDAS Y RESULTADOS

4.1 Resultados experimentales

La figura 5 muestra el registro carga-desplazamiento obtenido durante el ensayo de flexión en tres puntos del fémur de ratón aquí estudiado. La carga máxima alcanzada durante el ensayo ha sido de 14.17 N.

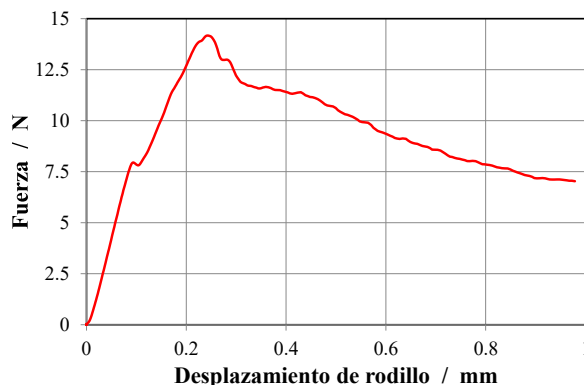


Figura 5. Registro carga-desplazamiento obtenido durante el ensayo del fémur de ratón.

Durante el ensayo, al margen de registro carga-desplazamiento mostrado también se ha grabado en video la rotura del mismo. La figura 6 muestra un momento del ensayo aquí estudiado.

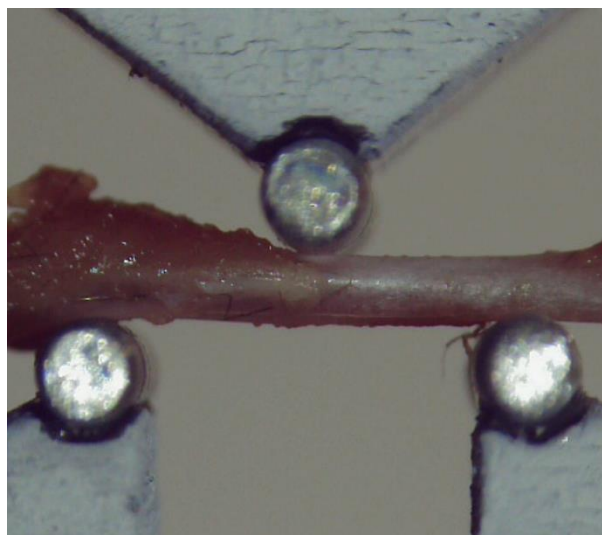


Figura 6. Fotograma de la micro-filmación del ensayo de flexión del fémur de ratón.

4.2 Resultados del modelo de vigas

Del ensayo de flexión y de la tomografía del hueso se ha estimado la distribución de tensiones mostrada en la figura 7. Con esta distribución de tensiones se garantiza un momento transmitido por la sección central máximo como el calculado por la ecuación, considerando una

fuerza máxima de 14.17 N y una distancia entre rodillos de 8 mm.

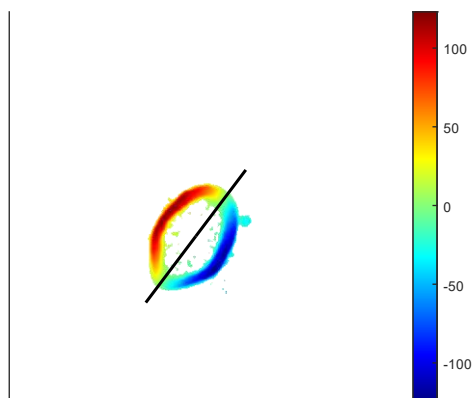


Figura 7. Distribución de tensiones, en MPa, estimada para la sección central del hueso, aproximando el sistema como una viga bi-apoyada.

En este caso, la tensión máxima calculada es de 123.0 MPa. Es decir, empleando este modelo se esperaría una tensión de rotura del hueso de 123.0 MPa.

4.2 Resultados del modelo de elementos finitos.

Como ya se ha comentado anteriormente la geometría del hueso se ha obtenido y mallado a partir de la imagen obtenida de la tomografía por rayos X. De este mallado se ha generado un sistema de 261467 tetraedros con 200118 grados de libertad. Las condiciones de contorno aplicadas en el modelo han sido las siguientes:

- Cilindro central: Carga distribuida de 14.17 N en dirección -X.
- Cilindro izquierdo: Línea de nodos correspondiente al rodillo fijado su desplazamiento en Y y en X.
- Cilindro derecho: Línea de nodos correspondiente al rodillo fijado su desplazamiento en Y y en Z.

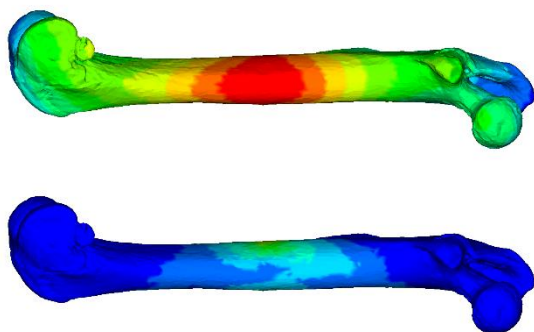


Figura 8. Campo de desplazamientos verticales (arriba) y tensiones (abajo) calculados mediante FEM para el hueso estudiado en este trabajo.

La figura 8 muestra los campos de desplazamientos verticales (parte superior) y de tensiones calculadas para el hueso (parte inferior) mediante Z88Aurora.

De esta simulación se ha obtenido una tensión máxima en la zona inferior del hueso bajo el rodillo central de 115.9 MPa, valor que correspondería a la rotura.

4.3 Discusión de los resultados

Empleando ambos modelos, la tensión de rotura del hueso estimada es similar, existiendo discrepancias menores del 10% entre ambos modelos. En este caso y dada la geometría tubular del hueso parece que las tensiones extras que aparecen en la zona próxima al rodillo central no se transmiten directamente sobre la zona opuesta del mismo, donde se observa experimentalmente la rotura.

5. CONCLUSIONES

En el presente trabajo se ha propuesto y validado un método para poder determinar la carga a rotura de huesos con geometrías complejas combinando ensayos biomecánicos y microtomografía computarizada.

La predicción de la carga de rotura empleando las teorías clásicas de vigas y considerando la sección real de los huesos permite obtener resultados similares a los obtenidos mediante elementos finitos, eliminado los problemas y dificultados asociados a esta última técnica.

REFERENCIAS

- [1] C.H. Turner, Biomechanics of bone: Determinants of skeletal fragility and bone quality. *Osteoporos. Int.*, **13**, 97-104, 2002.
- [2] C. Crespo-Gomara, J. Aldazabal, Determinación de la tensión de rotura de huesos combinando medidas experimentales y simulaciones. *Anales Mecánica de Fractura* **35**, 268-272, 2018.
- [3] P.M. Prodinger, et al., Whole bone testing in small animals: systematic characterization of the mechanical properties of different rodent bones available for rat fracture models. *Eur J Med Res* **23**:8, 2018.
- [4] G.H van Lenthe, R. Voide, S.K. Boyd, R. Müller, Tissue modulus calculated from beam theory is biased by bone size and geometry: Implications for the use of three-point bending tests to determine bone tissue modulus. *Bone* **43**(4), 717-723, 2008.
- [5] D. Guede, P. Gonzalez, J.R. Caeiro, Biomecánica y hueso (I): Conceptos básicos y ensayos mecánicos clásicos. *Rev. Osteoporos. Metab. Miner.*, **5**, 43-50, 2013.
- [6] N.A. Otsu, Threshold Selection Method from Gray-Level Histograms. *IEEE Transactions on Systems, Man, and Cybernetics*, **9**(1), 62-66, 1979.

ANÁLISIS NUMÉRICO DEL ESTADO TENSIONAL DEL DISCO DE LA ARTICULACIÓN TEMPOROMANDIBULAR BAJO APRETAMIENTO MANDIBULAR

N. García-Fernández¹, F. Pelayo¹, E. Tanaka², E. Barrientos-Blanco¹, M.J. Lamela-Rey¹, A. Fernández-Canteli¹, A. Álvarez-Vazquez¹

¹ Departamento de Construcción e Ingeniería de Fabricación, Universidad de Oviedo, Gijón-España

² Department of Orthodontics and Dental Orthopedics, Institute of Biomedical Sciences, Tokushima University Graduate School, Tokushima-Japan

RESUMEN

El disco de la articulación temporomandibular (ATM) se sitúa entre el hueso temporal y el cóndilo mandibular. Al igual que otros cartílagos articulares, el disco de la ATM presenta unas características viscoelásticas que dependen en gran medida de la distribución y organización de las fibras de colágeno y los proteoglicanos. La configuración del material del disco permite a los componentes de la ATM soportar la compleja distribución de tensiones de compresión, tracción y cizallamiento existente durante su funcionamiento.

El propósito de este estudio es investigar la relajación de tensiones que ocurren en el disco durante un apretamiento mandibular prolongado. Para ello, se utilizaron dos modelos de elementos finitos, uno con propiedad de material uniforme y otro con propiedades específicas para cada región del disco.

Los resultados confirman que ambos modelos son lo suficientemente precisos para analizar la distribución de tensiones en el disco de la ATM y, en particular, el modelo con las propiedades específicas de cada región garantiza una mejor simulación del comportamiento del disco.

PALABRAS CLAVE: Articulación temporomandibular (ATM), Comportamiento viscoelástico, Análisis de tensiones

ABSTRACT

The disc of the temporomandibular joint (TMJ) is located between the mandibular condyle and temporal bone. Like in other articular cartilages, the TMJ disc presents viscoelastic characteristics that are largely dependent on its collagen fibre and proteoglycan composition and distribution. The disc material configuration allows the TMJ components to withstand the complex compressive, tensile and shear stress distribution prevailing during its function.

The purpose of this study is to investigate the effects in the disc under stress relaxation during prolonged clenching. To do this, two finite element models were used, one with uniform disc material property and another one with region-specific disc material properties.

The results confirm that both models are sufficiently accurate to analyse the stress distribution of the TMJ disc, and, particularly, the model with the region-specific disc material properties ensures better simulation of the disc behaviour.

KEYWORDS: Temporomandibular joint (TMJ), Viscoelastic behaviour, Stress analysis

1. INTRODUCCIÓN

El disco de la articulación temporomandibular (TMJ) está situado entre el hueso temporal y el cóndilo articular, jugando un papel fundamental en el soporte y absorción de cargas así como ayudan a la estabilización de la articulación en los diferentes movimientos mandibulares [1]–[5]. Al igual que otros cartílagos articulares, el disco de la ATM presenta propiedades viscoelásticas. Dichas propiedades dependen de la composición y distribución

de las fibras de colágeno y proteoglicanos y de la interacción de estas con los fluidos del tejido [6], [7]. Por otra parte, las propiedades del disco no son homogéneas sino que dependen de la región donde se solicite el mismo ATM [5], [6] lo que permite explicar la compleja distribución de tensiones en el disco.

Al ser las propiedades viscoelásticas del disco dependientes de la región [3], [8], obtener un modelo de material representativo del disco completo no resulta

sencillo por lo que se tiende a utilizar modelos simplificados [2], [9]–[12].

El propósito de este trabajo consiste en investigar el efecto de las propiedades específicas de cada región del disco. Para ello se creó un modelo de elementos finitos de la ATM y se analizó la distribución de tensiones en el disco durante apretamiento prolongado en diferentes direcciones de carga utilizando propiedades diferentes para cada región del disco. Finalmente, se llevó a cabo una comparación del comportamiento del disco con propiedad de material homogéneo y el disco con propiedades específicas para las diferentes regiones.

2. METODOLOGÍA Y MATERIALES

En este trabajo se realizó un modelo de elementos finitos de la ATM en ABAQUS, en el que se introdujeron las propiedades mecánicas viscoelásticas de las diferentes regiones del disco. De acuerdo con Fernández [3] se seleccionaron cinco regiones y se obtuvo el módulo de relajación específico de cada una de ellas. Este modelo permitió analizar el efecto de las propiedades específicas para cada región durante la relajación de tensiones por apretamiento prolongado.

2.1. Materiales

Para obtener las propiedades mecánicas de cada región se utilizaron datos experimentales de Fernández [3] y se utilizó la conversión de Ninomiya-Ferry para calcular el módulo de relajación de las cinco regiones. Los resultados obtenidos del módulo de relajación $E(t)$ se muestran en la figura 1.

Para utilizar dichos módulos de relajación $E(t)$ en el modelo de elementos finitos, las curvas obtenidas (ver Figura 1) se ajustaron utilizando un modelo generalizado de Maxwell implementado a través de series de Prony:

$$E(t) = E_0 \left[1 - \sum_{i=1}^{n_t} e_i \left(1 - \exp \left(-\frac{t}{\tau_i} \right) \right) \right] \quad (1)$$

donde τ_i son los instantes de tiempo, e_i los ratios del módulo y E_0 los módulos instantáneos. Dicho modelo se ajustó utilizando el método de series de Prony optimizado [13].

2.2. Modelo de elementos finitos

Para modelizar el conjunto de la ATM, el disco de la ATM fue implementado como sólido 3D deformable mientras que el hueso temporal y el cóndilo mandibular se modelaron como sólidos rígidos [2]. Finalmente, los cartílagos condilar y temporal se crearon utilizando elementos tipo de tipo “skin” con propiedades elástico-lineales (Tabla 1).

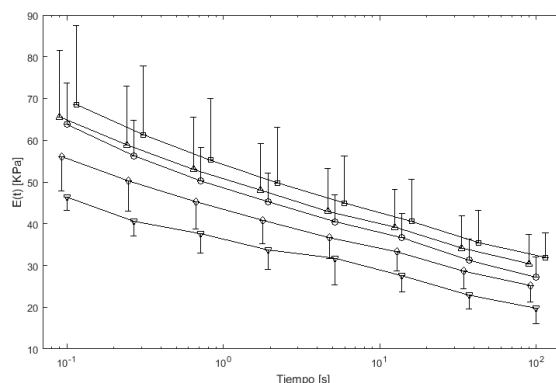


Figura 1. Módulos de relajación para cada región: Posterior (□), Anterior (Δ), Central (○), Medial (◇) y Lateral (∇)

Tabla 1. Propiedades de los cartílagos [14]

Parte del modelo	E [MPa]	Poisson
Cartílago condilar	0.8	0.3
Cartílago temporal	1.5	0.3

Por otra parte, la geometría del disco se dividió en cinco regiones: anterior (A), posterior (P), lateral (L), medial (M) y central (C), ver Figura 2. Finalmente, cada uno de los modelos de material obtenido se asignó a su región correspondiente.

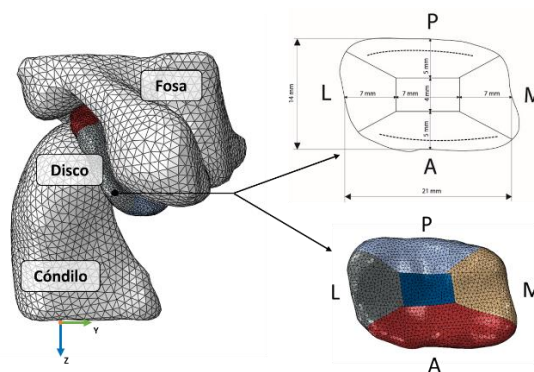


Figura 2. Particiones realizadas en el disco para definir sus cinco regiones.

Para eliminar la influencia de las interacciones entre las diferentes partes del modelo, se utilizaron contactos tipo TIE.

Por otra parte, este modelo con propiedades específicas para cada región se comparó con un modelo con propiedad de material uniforme en el disco. Para ello se creó un modelo con la misma propiedad de material en todas sus regiones. El modelo del material utilizado se obtuvo de Barrientos [2].

2.3. Simulaciones

Para simular las condiciones de apretamiento se restringió el movimiento del hueso temporal y solo se permitió el desplazamiento del cóndilo articular. Para simular las condiciones de carga se utilizaron varios ángulos de aplicación. Para cada ángulo de carga, se aplicaron los desplazamientos necesarios para conseguir una deformación en el disco del 10%.

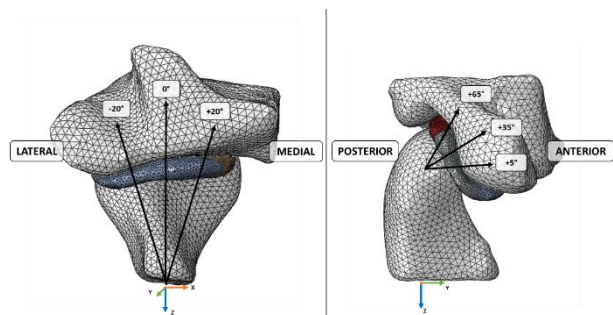


Figura 3. Direcciones del desplazamiento del cóndilo para la simulación de la carga aplicada.

Los valores de los desplazamientos aplicados en el punto de referencia del cóndilo se presentan en la tabla 3 para la dirección medio-lateral.

Tabla 3. Ángulos de carga utilizados en la dirección medio-lateral.

Ángulo	U _x [mm]	U _y [mm]	U _z [mm]
-20°	-0.035	0.096	-0.096
0°	0	0.1	-0.1
20°	0.035	0.096	-0.096

Por otra parte, se consideraron tres ángulos representativos del movimiento de la ATM en la dirección antero-posterior (tabla 4) [15].

Tabla 4. Ángulos de carga utilizados en la dirección antero-posterior.

Ángulo	U _x [mm]	U _y [mm]	U _z [mm]
65°	0	0.060	-0.128
35°	0	0.116	-0.081
5°	0	0.141	-0.012

Finalmente, todas las simulaciones se llevaron a cabo en dos pasos de cálculo. En el primero se aplicó la deformación correspondiente en 0.01 s y, a continuación, se mantuvo dicha deformación durante 60 s (fase de relajación) [2].

3. RESULTADOS

En este trabajo se analizaron las distribuciones de tensiones de von Mises en el disco de la ATM en tres instantes de tiempo: $t = 0.1$ s, que se corresponde al primer instante del que se disponen datos del material; $t = 1$ s, donde la tasa de relajación del material es de aproximadamente un 50%; y $t = 60$ s, al final de la relajación.

3.1. Dirección medio-lateral

En este caso, las tensiones máximas de von Mises se observaron para la dirección de carga aplicada de -20°. Además, estas tensiones, son máximas en el instante de tiempo $t = 0.1$ s. (Figura 5). Por otra parte, comparando entre modelos, el modelo con propiedad de materiales uniforme en el disco presenta siempre tensiones mayores que el modelo con propiedades específicas, dicha diferencia entre modelos se sitúa en torno al 30%.

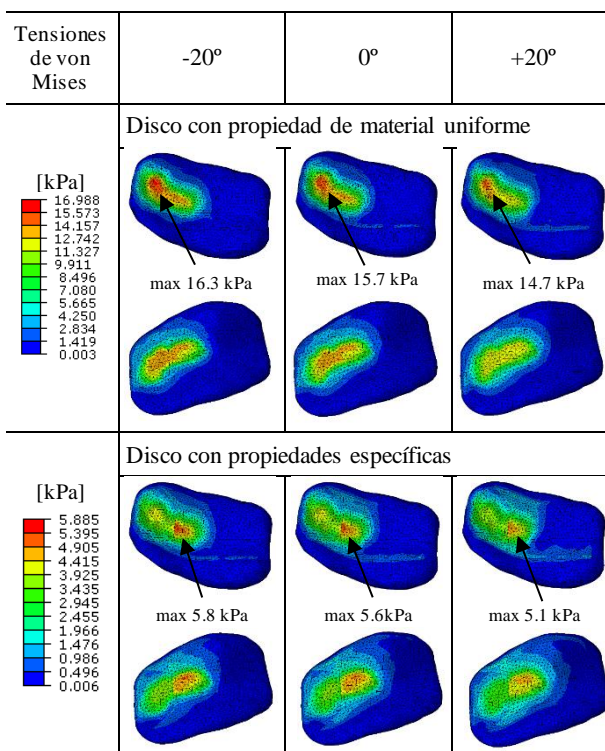


Figura 5. Tensiones de von Mises en el disco para $t = 0.1$ s en la dirección medio-lateral

En cuanto a la localización de las tensiones máximas de von Mises, estas se sitúan en la región lateral para el modelo con propiedad de material uniforme en el disco, mientras que en el modelo con propiedades materiales específicas las tensiones máximas se sitúan en la región lateral pero cercanas a la región central. Esto ocurre para todos los instantes de tiempo y para todas las direcciones de carga (Figura 5, 6 y 7).

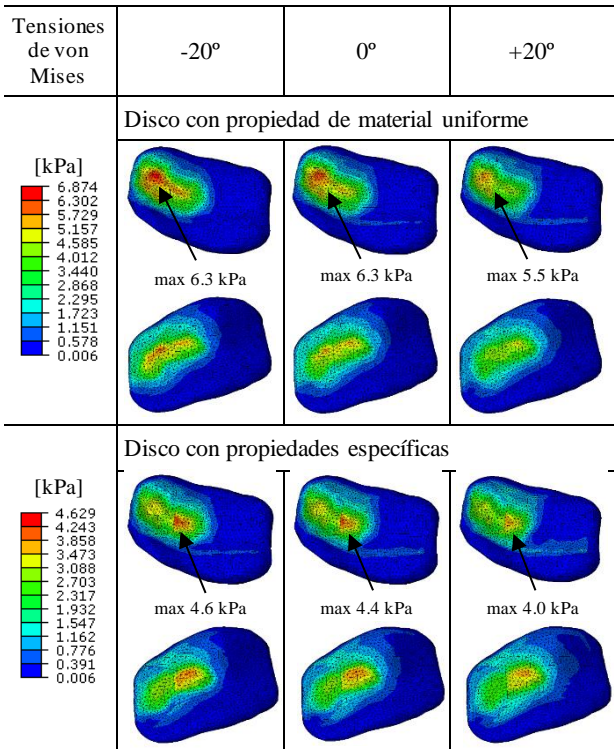


Figura 6. Tensiones de von Mises en el disco para $t = 1$ s en la dirección medial-lateral

Finalmente se observa la tasa de relajación presentada en las tensiones con el paso del tiempo. Ambos modelos presentan valores de relajación próximos al 50%.

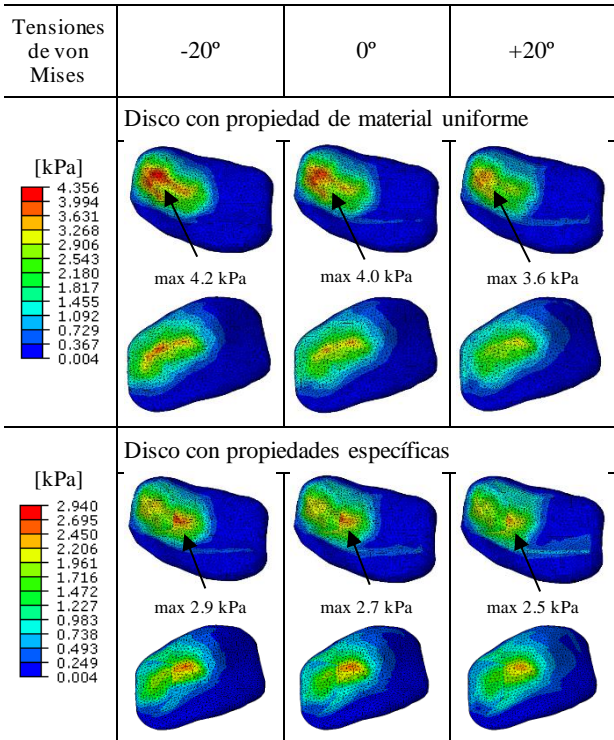


Figura 7. Tensiones de von Mises en el disco para $t = 60$ s en la dirección medial-lateral

3.2. Dirección antero-posterior

En este caso las tensiones máximas se observaron en la dirección de +5°, independientemente del instante de tiempo y del modelo (Figura 8, 9 y 10).

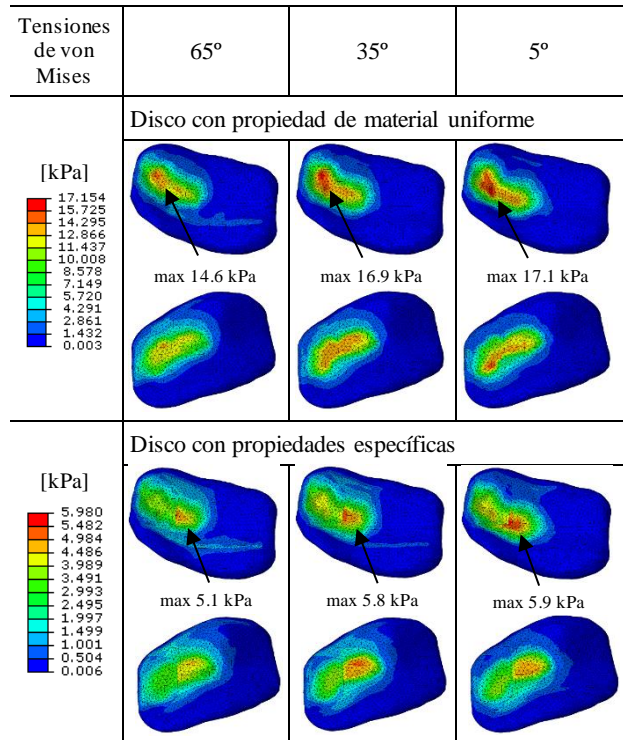


Figura 8. Tensiones de von Mises en el disco para $t = 0.1$ s en la dirección antero-posterior

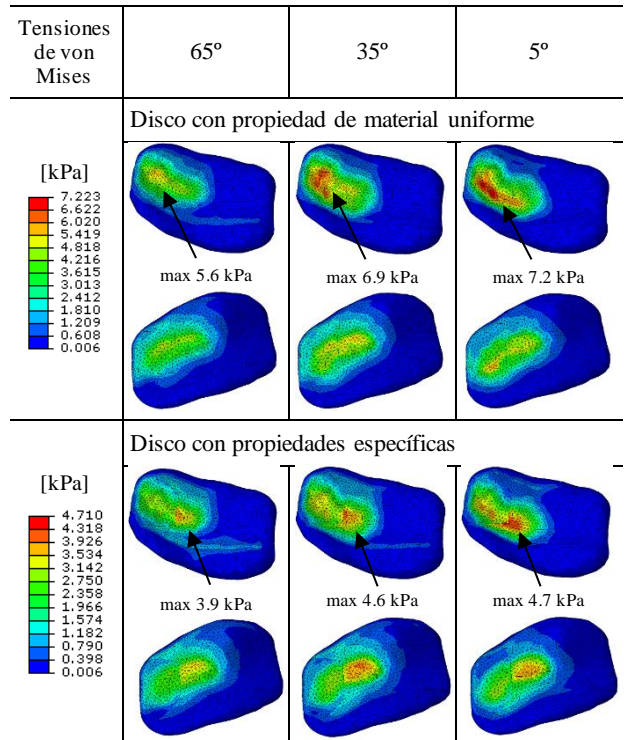


Figura 9. Tensiones de von Mises en el disco para $t = 1$ s en la dirección antero-posterior

Al igual que en la dirección medio-lateral, las tensiones máximas se presentan en el instante de tiempo $t = 0.1$ s (Figura 8). Además, el modelo con propiedades uniforme presenta tensiones mayores que el modelo con propiedades específicas para el disco.

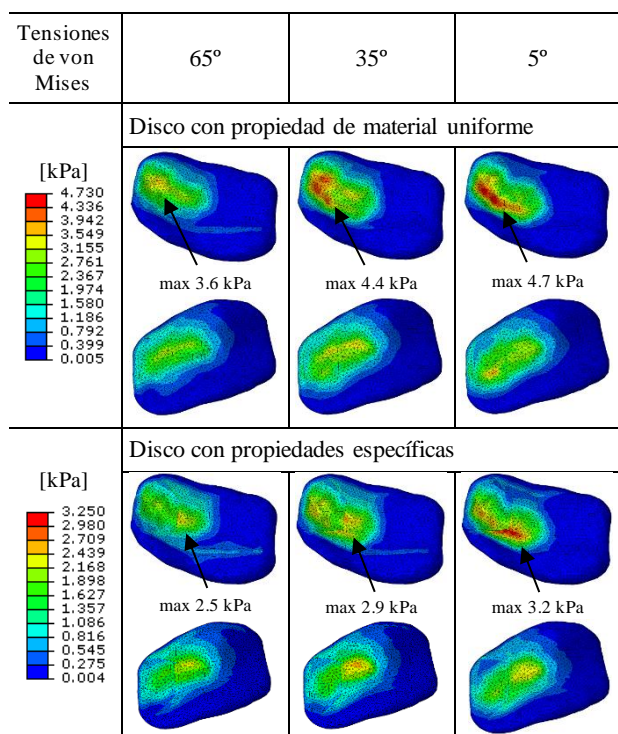


Figura 10. Tensiones de von Mises en el disco para $t = 60$ s en la dirección antero-posterior

En cuanto a la localización de tensiones máximas, se realizaron las mismas observaciones que en la dirección medio-lateral. Sin embargo, en este caso la variación del ángulo produce un efecto mayor en la distribución de las tensiones, estando las tensiones máximas de von Mises, próximas a la región anterior en ambos modelos.

Finalmente, la relajación de tensiones en ambos modelos toma valores en torno al 50%.

4. DISCUSIÓN

El disco de la ATM presenta un comportamiento viscoelástico que favorece la disminución y la mejor distribución de las tensiones en los diferentes componentes de la articulación [5], [16]. Debido a la distribución no homogénea de proteoglicanos y glicosaminoglicanos, se han observado diferencias en las propiedades viscoelásticas del disco en sus diferentes regiones [3], [16]. Aun así, se dispone de poca información acerca del efecto que producen estas diferencias en la distribución de tensiones en el disco de la ATM y, hasta el momento, este es el primer trabajo en el que se estudia la distribución de tensiones en el disco de la ATM utilizando propiedades materiales específicas para cada región mediante elementos finitos.

Según investigaciones previas en las que se utilizaba un disco con propiedad de material uniforme [2], las tensiones máximas de von Mises se ubicaban en la región lateral para la carga aplicada en la dirección medio-lateral a -20° . En este estudio se observa el mismo fenómeno en el modelo con propiedad uniforme, no obstante, los valores de las tensiones difieren debido a los tipos de contactos utilizados y a los elementos del disco. Por otra parte, se observan diferencias en la distribución de tensiones entre el modelo con propiedad de material uniforme y el disco con propiedades específicas. Los resultados también muestran tensiones mayores en las regiones anterior, lateral y central.

Estudios anatómicos en cadáveres mostraron que, en caso de existir zonas marcadas o perforadas, estas se encontraban mayoritariamente en las regiones anterior, central y lateral [17]. Además, desde el punto de vista biomecánico, los glicosaminoglicanos, que están asociados con tensiones de compresión, se encuentran mayoritariamente en estas mismas regiones [18]. Teniendo en cuenta todas estas consideraciones se concluye que ambos modelos permiten obtener la distribución de tensiones en el disco de la ATM con suficiente precisión y en particular el modelo con propiedades específicas para cada región garantiza una mejor simulación del comportamiento del disco.

5. CONCLUSIONES

- El modelo con propiedad de material uniforme en el disco presenta tensiones mayores para una misma carga que el modelo con propiedades específicas para cada región del disco.
- En la dirección medio-lateral las tensiones máximas se obtienen para la dirección de -20° para ambos modelos, mientras que en la dirección antero-posterior las tensiones máximas se encuentran en la dirección de carga de $+5^\circ$. Comparando ambas direcciones, las tensiones máximas se encuentran en la dirección antero-posterior para el caso de $+5^\circ$.
- Las diferentes variaciones en la dirección de la carga simuladas en la dirección antero-posterior, muestran que las tensiones más altas se encontraron en la región lateral próximas a la región central del disco con propiedad de material homogénea. Por otra parte, en el disco con propiedades específicas, las variaciones en la dirección antero-posterior produjeron tensiones mayores en las regiones central y anterior del disco

AGRADECIMIENTOS

Los autores desean agradecer el apoyo económico al Ministerio de Economía y Competitividad por el proyecto “Predicción probabilística de daño y fallo a fatiga: Aplicación a componentes y estructuras de materiales poliméricos” (DPI2016-80389-C22-2-R), así

como al programa Cajastur – Universidad de Oviedo 2011 por la subvención de estancias de investigación.

REFERENCIAS

- [1] E. Barrientos, F. Pelayo, E. Tanaka, M. J. Lamela-Rey, and A. Fernández-Canteli, “Dynamic and stress relaxation properties of the whole porcine temporomandibular joint disc under compression,” *J. Mech. Behav. Biomed. Mater.*, vol. 57, pp. 109–115, 2016, doi: 10.1016/j.jmbbm.2015.12.003.
- [2] E. Barrientos, F. Pelayo, E. Tanaka, M. J. Lamela-Rey, A. Fernández-Canteli, and J. C. de Vicente, “Effects of loading direction in prolonged clenching on stress distribution in the temporomandibular joint,” *J. Mech. Behav. Biomed. Mater.*, vol. 112, no. August, 2020, doi: 10.1016/j.jmbbm.2020.104029.
- [3] P. Fernández, M. Jesús Lamela, A. Ramos, A. Fernández-Canteli, and E. Tanaka, “The region-dependent dynamic properties of porcine temporomandibular joint disc under unconfined compression,” *J. Biomech.*, vol. 46, no. 4, pp. 845–848, 2013, doi: 10.1016/j.jbiomech.2012.11.035.
- [4] E. Tanaka *et al.*, “Modeling of the Effect of Friction in the Temporomandibular Joint on Displacement of Its Disc During Prolonged Clenching,” *J. Oral Maxillofac. Surg.*, vol. 66, no. 3, pp. 462–468, Mar. 2008, doi: 10.1016/j.joms.2007.06.640.
- [5] E. Tanaka and T. van Eijden, “Biomechanical Behavior of the Temporomandibular Joint Disc,” *Crit. Rev. Oral Biol. Med.*, vol. 14, no. 2, pp. 138–150, Mar. 2003, doi: 10.1177/154411130301400207.
- [6] M. S. Detamore, J. G. Orfanos, A. J. Almarza, M. M. French, M. E. Wong, and K. A. Athanasiou, “Quantitative analysis and comparative regional investigation of the extracellular matrix of the porcine temporomandibular joint disc,” *Matrix Biol.*, vol. 24, no. 1, pp. 45–57, Feb. 2005, doi: 10.1016/j.matbio.2004.11.006.
- [7] R. P. Scapino, P. B. Canham, H. M. Finlay, and D. K. Mills, “The behaviour of collagen fibres in stress relaxation and stress distribution in the jaw joint disc of rabbits,” *Arch. Oral Biol.*, vol. 41, no. 11, pp. 1039–1052, Nov. 1996, doi: 10.1016/S0003-9969(96)00079-9.
- [8] E. Tanaka *et al.*, “Age-associated changes in viscoelastic properties of the bovine temporomandibular joint disc,” *Eur. J. Oral Sci.*, vol. 114, no. 1, pp. 70–73, Feb. 2006, doi: 10.1111/j.1600-0722.2006.00265.x.
- [9] S. Abe *et al.*, “Stress analysis in human temporomandibular joint affected by anterior disc displacement during prolonged clenching,” *J. Oral Rehabil.*, vol. 40, no. 4, pp. 239–246, Apr. 2013, doi: 10.1111/joor.12036.
- [10] A. Pérez del Palomar and M. Doblaré, “On the numerical simulation of the mechanical behaviour of articular cartilage,” *Int. J. Numer. Methods Eng.*, vol. 67, no. 9, pp. 1244–1271, Aug. 2006, doi: 10.1002/nme.1638.
- [11] E. Hattori-Hara *et al.*, “The influence of unilateral disc displacement on stress in the contralateral joint with a normally positioned disc in a human temporomandibular joint: An analytic approach using the finite element method,” *J. Cranio-Maxillofacial Surg.*, vol. 42, no. 8, pp. 2018–2024, Dec. 2014, doi: 10.1016/j.jcms.2014.09.008.
- [12] P. S. Donzelli, L. M. Gallo, R. L. Spilker, and S. Palla, “Biphasic finite element simulation of the TMJ disc from in vivo kinematic and geometric measurements,” *J. Biomech.*, vol. 37, no. 11, pp. 1787–1791, Nov. 2004, doi: 10.1016/j.jbiomech.2004.01.029.
- [13] E. Barrientos, F. Pelayo, Á. Noriega, M. J. Lamela, A. Fernández-Canteli, and E. Tanaka, “Optimal discrete-time Prony series fitting method for viscoelastic materials,” *Mech. Time-Dependent Mater.*, vol. 23, no. 2, pp. 193–206, May 2019, doi: 10.1007/s11043-018-9394-z.
- [14] E. Tanaka, F. Pelayo, N. Kim, M. J. Lamela, N. Kawai, and A. Fernández-Canteli, “Stress relaxation behaviors of articular cartilages in porcine temporomandibular joint,” *J. Biomech.*, vol. 47, no. 7, pp. 1582–1587, May 2014, doi: 10.1016/j.jbiomech.2014.03.007.
- [15] M. Beek, J. H. Koolstra, L. J. van Ruijven, and T. M. G. J. van Eijden, “Three-dimensional finite element analysis of the human temporomandibular joint disc,” *J. Biomech.*, vol. 33, no. 3, pp. 307–316, Mar. 2000, doi: 10.1016/S0021-9290(99)00168-2.
- [16] J. M. Guerrero Cota, D. M. Leale, B. Arzi, and D. D. Cissell, “Regional and disease-related differences in properties of the equine temporomandibular joint disc,” *J. Biomech.*, vol. 82, pp. 54–61, Jan. 2019, doi: 10.1016/j.jbiomech.2018.10.017.
- [17] G. Touré, C. Duboucher, and C. Vacher, “Anatomical modifications of the temporomandibular joint during ageing,” *Surg. Radiol. Anat.*, vol. 27, no. 1, pp. 51–55, Mar. 2005, doi: 10.1007/s00276-004-0289-0.
- [18] M. S. Detamore and K. A. Athanasiou, “Structure and function of the temporomandibular joint disc: Implications for tissue engineering,” *J. Oral Maxillofac. Surg.*, vol. 61, no. 4, pp. 494–506, Apr. 2003, doi: 10.1053/joms.2003.50096.

FRACTURA DE MATERIALES CERÁMICOS Y PÉTREOS

UNA COMPARATIVA NORMATIVA – EXPERIMENTAL SOBRE EL HORMIGÓN REFORZADO CON FIBRAS SOMETIDO A ESFUERZO DE CORTE DIRECTO

Á. Picazo¹, M. G. Alberti², A. Enfedaque², J. C. Gálvez²

¹ Departamento de Tecnología de la Edificación.
E.T.S. de Edificación. Universidad Politécnica de Madrid.
Avda. Juan de Herrera 6, 28040 Madrid-España

² 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

RESUMEN

La normativa de hormigón estructural permite considerar el carácter estructural del hormigón reforzado con fibras (HRF) en función de resistencias residuales obtenidas en ensayos de resistencia a la tracción por flexión, en fractura en Modo I. Sin embargo, en relación con la fractura en Modo II, todavía no hay consenso en el ámbito de la investigación sobre si es apropiado el uso de resistencias a tracción en la formulación para la resistencia frente a sollicitaciones de cortante. Mediante el empleo de fibras es posible reducir el refuerzo de barras de acero y, en el caso de cortante, llegar a eliminar la armadura. Con la finalidad de profundizar en el comportamiento del HRF sometido a cortante, se desarrolló una campaña experimental con HRF con fibras de acero y poliolefina sometido a esfuerzos de cortante puro mediante ensayos “push-off”. Las probetas ensayadas procedían de ensayos previos de flexión, por lo que se conocían sus resistencias residuales en Modo I. Estas resistencias se compararon con los ensayos a fractura en Modo II concluyéndose que los valores normativos resultaban muy conservadores para pequeños deslizamientos a cortante. Al aumentar el deslizamiento los valores de resistencia normativos y experimentales resultaron parecidos, e incluso para deslizamientos grandes los valores experimentales resultaron superiores los normativos.

PALABRAS CLAVE: esfuerzo cortante, hormigón reforzado con fibras, ensayo “push-off”, fibras de acero, fibras de poliolefina

ABSTRACT

The structural concrete codes allow considering the contribution of the fibres in the structural design of fibre reinforced concrete (FRC) according to the results of fracture tests in Mode I. However, regarding fracture in Mode II, it is not clear that such residual strengths (Mode I) are appropriate to be used for structural design. In addition, by using fibres it is possible to reduce the steel bars reinforcement and, in shear, to eliminate the stirrups. In order to deepen the knowledge of the FRC subjected to shear, an experimental campaign on FRC with steel and polyolefin fibres subjected to shear loadings was developed through push-off testing. The tested specimens were the remaining halves of previous bending tests, so the residual strengths were known in accordance with the regulations. Such strengths were compared with Mode II fracture tests resulting that normative values being very conservative for small shear slips. When the slip increased, regulatory and experimental strength values were similar and for larger slips, the normative led to higher values.

KEYWORDS: shear strength, fibre reinforced concrete, push-off test, steel fibres, polyolefin fibres

INTRODUCCIÓN

El uso de fibras como refuerzo del hormigón evita la fragilidad del material, dotándole de ductilidad [1]. Además, mejora sus características mecánicas, consigue controlar la abertura de fisuras y aumentar la energía de fractura [2]. Éste refuerzo de fibras permite sustituir de

manera parcial el refuerzo de barras de acero a flexión [3]. En el caso de esfuerzos de cortante, el refuerzo con fibras puede sustituir al refuerzo de cercos [4]. Así, el HRF es ampliamente empleado en dovelas de túneles [5], canalizaciones [6], losas alveolares [7], pasarelas peatonales [8] y estructuras de cubiertas [9], entre otras. Para poder tener en cuenta la contribución estructural del

refuerzo mediante fibras, las normas exigen una serie de requerimientos basados en los resultados de fractura en modo I. Es decir, para cualquier tipo de esfuerzo al que esté sometida la estructura, las capacidades mecánicas se obtienen en función de resistencias residuales a tracción por flexión obtenidas de manera experimental sobre vigas a flexión en tres o cuatro puntos con entalla [10, 11].

El empleo de tensiones residuales a flexo-tracción para el cálculo de refuerzos de cortante muestra falta de unanimidad, por lo que es de interés su investigación. De esta forma, nos encontramos con investigaciones dispares. Así, en la referencia [12] analizaron vigas de hormigón reforzadas, indicando el buen ajuste de la formulación del CM-2010 [10]. De forma similar, en [13] mediante ensayos sobre vigas de hormigón con fibras de polipropileno y acero, concluyeron que el empleo de tensiones residuales de flexo-tracción son apropiadas para la caracterización de piezas estructurales a cortante. Sin embargo, en la referencia [14] concluyeron, en su estudio sobre vigas, la necesidad de revisar la formulación a cortante en función de las características de las fibras. Usando fibras híbridas y macrosintéticas en vigas, en la referencia [15] indicaron que la formulación de la ACI y RILEM resultaba conservadora. Por último, sobre losas alveolares, los resultados han mostrado [7] la necesidad de ajustar dicha formulación.

El presente estudio aborda el estudio del comportamiento a fractura en cortante de varios tipos de hormigón en referencia a las normas CM-2010 [10] y EHE-08 [11]. Para ello se emplearon probetas tipo push-off con cuatro tipologías de hormigón: un hormigón autocompactante de alta resistencia a compresión (60 MPa) reforzado con fracciones volumétricas de 0,64% y 0,89% de fibras de acero. El segundo es un hormigón de moderada resistencia a compresión (40 MPa) y fracción volumétrica de 1,10% de fibras de poliolefina. Un tercer hormigón, de similares características al segundo, pero autocompactante e igualmente reforzado con un 1,10% de fibras de poliolefina. Y el cuarto hormigón, de baja resistencia (20 MPa) reforzado con fracciones volumétricas de 0,66% y 0,83% de fibras de poliolefina. Los diferentes hormigones fueron previamente ensayados a flexión [16-18], superando todos ellos los requerimientos estructurales del MC-2010 y la EHE-08 para poder considerar la contribución resistente de las fibras en el cálculo: ($f_{R1}/f_{LOP} > 0,4$ y $f_{R3}/f_{R1k} > 0,5$).

MATERIALES Y PROPIEDADES MECÁNICAS DE LOS HORMIGONES

La dosificación empleada en la realización de los hormigones se puede ver en investigaciones previas [18]. Es destacable indicar la diferencia de cantidad de cemento empleado en la realización de los hormigones, lo que da lugar a tres tipologías de hormigón en relación a su resistencia a compresión. Para los hormigones de baja resistencia se empleó cemento EN 197-1 CEM II 32,5 B-M, mientras que para el resto de hormigones se empleó un EN 197-1 CEM I 52,5 R-SR 5 con adición de

filler calizo y superplastificante con base de policarboxilato. En todos los casos el tamaño máximo del árido fue de 12,7 mm.

Las fibras de poliolefina empleadas tenían acabado rugoso, para facilitar la adherencia, y una resistencia a tracción de 1100 N/mm². Se emplearon con una longitud de 60 mm en los hormigones con fracción volumétrica de 1,10% y de 48 mm en los hormigones de baja resistencia y fracciones volumétricas de 0,66% y 0,83%. Con respecto a las fibras de acero lisas, con extremos conformados en patillas, se utilizaron de tipología RC80/50BN en el hormigón de fracción volumétrica de 0,64% y una mezcla al 50% de éstas con otras de tipo RC65/35BN en el hormigón de mayor fracción volumétrica (0,89%). Las características de las fibras se pueden consultar en investigaciones previas [19].

De esta forma se realizaron seis hormigones designados como SCS70 y SCS50, autocompactantes de alta resistencia a compresión y reforzados con 0,64% y 0,89% de fibras de acero. Los VP6 y VP75, compactados por vibración, de baja resistencia y reforzados con 0,66% y 0,83% de fibras de poliolefina. Por último, SCP10 y VP10, reforzados con un 1,10% de fibras de poliolefina, autocompactante y vibrado, respectivamente.

Los resultados de los ensayos previos para obtener las resistencias a compresión (f_{cm}) y las capacidades mecánicas y tensiones residuales a tracción por flexión (f_{LOP} , f_{R1} y f_{R3}) en ensayos conforme a la norma EN14651:2007+A1 [20] se muestran en la Tabla 1.

Tabla 1. Resistencias a compresión y tensiones residuales por flexión (MPa) de los hormigones estudiados.

	f_{cm}	f_{LOP}	f_{R1}	f_{R3}
SCS50	62,2	5,69	7,29	5,27
SCS70	58,8	6,50	11,08	9,46
VP6	21,7	2,76	1,43	1,75
VP75	20,1	2,75	1,62	1,97
SCP10	51,5	5,22	2,41	3,87
VP10	39,7	4,21	1,98	2,87

PROGRAMA EXPERIMENTAL DE ENSAYOS A CORTANTE PUSH-OFF

Las probetas tipo push-off tenían forma prismática con unas dimensiones de 270x150x150 mm³. Fueron obtenidas de las mitades residuales de ensayos a flexión, debidamente mecanizadas y eliminando la zona afectada por el ensayo de tracción por flexión. Como se puede observar en la Figura 1(a), en dicho prisma se realizaron dos entallas de 75 mm de profundidad y 9 mm de espesor. Mediante la realización de estas entallas la sección de ligamento sometida a cortante tuvo unas medidas de 150 mm de ancho y 75 mm de altura. Es importante indicar que las probetas se realizaron para los ensayos de flexión por lo que el posible posicionamiento de las fibras debe resultar paralelo a la dirección de carga en los ensayos

push-off. De tal forma, la disposición de las fibras no es la mejor para soportar los esfuerzos de cortante, por lo que los resultados pueden considerarse como conservadores.

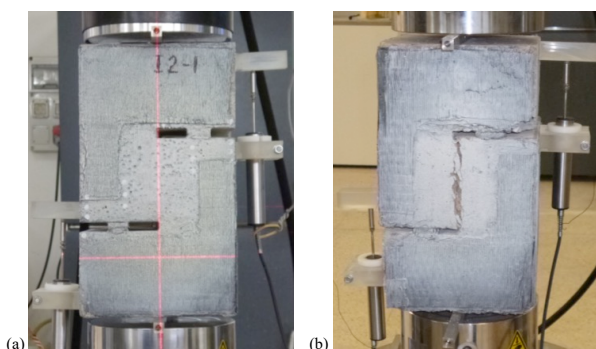


Figura 1. (a) Probeta push-off preparada para ser ensayada y (b) ensayada.

Para el correcto funcionamiento del ensayo push-off se colocaron las probetas de forma especialmente cuidadosa. Las barras de carga metálicas superior e inferior, de dimensiones 200x10x10 mm³ se posicionaron haciendo coincidir su centro con la sección de ligamento, cosa que se consiguió mediante un nivel láser. Se dispusieron, en ambas entallas, dos transductores de desplazamiento lineal variable (LVDT) para medir la apertura o cierre de las puntas de las entallas y, como media, obtener los deslizamientos a cortante en la sección de ligamento. De tal forma, la Figura 1(b) muestra una probeta tras ser ensayada. Los ensayos se realizaron en una máquina Instron, con una capacidad de carga de 500 kN, siendo controlados por desplazamiento del actuador a una velocidad de 1 µm/s.

RESULTADOS Y DISCUSIÓN

4.1. Contribución de las fibras en el FRC sometido a cortante

Con el fin de comparar los hormigones estudiados se consideraron las diferentes tensiones a cortante durante los ensayos como resultado de aplicar la ecuación (1), dividiendo la carga aplicada (L) entre la superficie de la sección de ligamento (S). De tal forma se obtuvieron tensiones medias, independiente de la sección resistente.

$$\tau_{aver} = L/S \quad (1)$$

La Tabla 2 muestra el número de probetas ensayadas de cada hormigón, su tensión rasante promedio máxima (τ_{MAX}), la carga máxima media soportada (L_{MAX}) y el número de fibras contadas en la sección de ligamento tras los ensayos.

Para estudiar el comportamiento de los diferentes FRC en los ensayos push-off es importante estudiar la Figura 2. Ésta muestra la gráfica tensión media a cortante frente a deslizamiento a cortante. En todos los casos el comportamiento general es el mismo, una rama de carga

hasta el primer punto de inflexión donde, tras producirse la fisuración de las probetas, se produjo una rama de descarga más o menos pronunciada. Posteriormente se puede observar una rama de tensión descendente pero con mínima inclinación, correspondiendo a la fase residual de los ensayos, gobernada por la actuación como refuerzo de las fibras.

Tabla 2. Resultados de los ensayos de cortante tipo push-off.

	Prob. (uds)	τ_{MAX} (MPa)	L_{MAX} (kN)	Fibras (uds)
SCS50	2	12,2	131,4	82
SCS70	2	17,4	141,9	116
VP6	4	5,2	65,0	63
VP75	4	4,9	68,7	89
SCP10	3	9,7	105,0	69
VP10	2	7,9	99,8	79

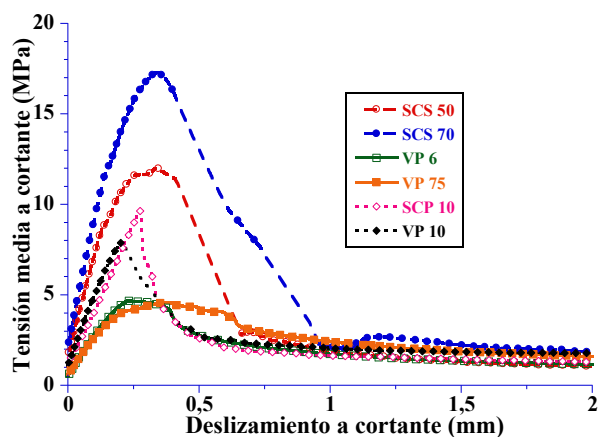


Figura 2. Curvas medias tensión – deslizamiento a cortante en los ensayos push-off.

Los hormigones pueden estudiarse agrupados de dos en dos, función de su matriz cementicia. Así el SCS50 y SCS70 presentan una rama de carga más pronunciada que el resto de los hormigones. En ambos hormigones se dio la circunstancia de que la primera fisura se produjo antes del punto de inflexión de carga máxima, por lo que dichos hormigones, tras fisurarse siguieron aumentando su capacidad resistente a cortante. Entre el SCS50 (12,2 MPa) y el SCS70 (17,4 MPa), con la misma matriz, se aprecia un aumento de resistencia del 42,6% en su valor máximo. En el resto de los hormigones la matriz se fisuró en el punto de máxima resistencia mostrado en la Figura 2.

La diferencia de inclinación de los hormigones es función de la matriz de hormigón sin fisurar, por lo que se puede ver que las gráficas de los hormigones reforzados con fibras de acero, y mejor matriz, muestran una inclinación mayor. El siguiente grupo serían los hormigones reforzados con 10 kg/m³ de fibras de poliolefina. Por

último, los hormigones de baja resistencia a compresión mostraron una menor inclinación en la rama de carga.

Tras el punto de inflexión correspondiente al valor de tensión máxima cortante los hormigones SCS50 y SCS70 mostraron una caída brusca de carga asociada a un deslizamiento elevado entre las dos caras de la sección de ligamento. En el caso de los VP6 y VP75 se produjo un descenso en el valor de la tensión, pero mostrando una gran ductilidad, sin caídas bruscas de carga, tal y como se aprecia en la Figura 2 con unas ramas de descarga con baja inclinación. Por último, tanto en el SCP10 como en el VP10, su comportamiento fue intermedio a lo comentado: se produjo una rama de descarga brusca, pero no asociada a un gran deslizamiento.

Una vez se llegó, en todos los hormigones, a un deslizamiento de 1 mm los valores de resistencias residuales se igualaron en todos los casos, con valores que oscilaron entre 1,6 y 2,5 N/mm². En este punto es cuando la gráfica de la rama residual muestra un comportamiento función de las fibras contadas en las diferentes secciones de fractura.

4.2. Resultados experimentales vs numéricos normativos a cortante

Investigaciones previas [7, 13, 15] difieren respecto a si la formulación adoptada por las normativas de diseño estructural de hormigón armado es apropiada para el cálculo de secciones sometidas a esfuerzo cortante. De tal forma, con los valores de tensiones residuales a tracción por flexión f_{R1} y f_{R3} se pueden obtener los valores de resistencia, para el diseño, de piezas de hormigón sometidas a cortante.

Por tal motivo, se estudió el valor de las resistencias de cálculo obtenidas con dos normativas de hormigón estructural: el CM-2010 y la norma española EHE-08 sobre piezas sin armadura de cercos. De tal forma, la EHE-08 considera, de manera aditiva, la contribución de la resistencia del hormigón, el armado longitudinal y la aportación de las fibras, según la ecuación (2). Por su parte el MC-2010 permite calcular la capacidad resistente a cortante mediante la ecuación (3), función de la resistencia del hormigón, de la armadura longitudinal y las fibras.

$$V_{rd} = \left[\frac{0.18}{\gamma_c} \varepsilon (100\rho_1 f_{cv})^{1/3} + 0.15\sigma'_{cd} \right] b_0 d + 0.7\varepsilon\tau_{fd} b_0 d \quad (2)$$

$$V_{Rd,F} = \left\{ \frac{0.18}{\gamma_c} k \left[100\rho_1 \left(1 + 7.5 \frac{f_{Fluk}}{f_{ctk}} \right) f_{ck} \right]^{1/3} + 0.15\sigma_{cp} \right\} b_w d \quad (3)$$

Siendo:

γ_c coeficiente de seguridad del hormigón.

$\varepsilon=k$ factor que toma en consideración el efecto tamaño.

ρ_l cuantía de refuerzo de la armadura longitudinal.

f_{cv} resistencia a cortante del hormigón.

f_{ck} resistencia característica a compresión del hormigón.

$\sigma'_{cd}=\sigma_{cp}$ tensión por esfuerzo axil.

$b_0=b_w$ ancho mínimo de la sección.

d canto útil de la sección.

$\tau_{fd} = 0,5f_{ctR,d} = 0,33f_{R,3,d}$ incremento de resistencia a cortante por efecto de las fibras.

f_{R3} tensión residual del HRF para un CMOD de 2,5 mm.

$f_{Fluk} = f_{R3} / 3$ tensión residual del HRF.

$f_{ctk} = 0,3f_{ck}^{(2/3)}$.

Para poder comparar los resultados analíticos y experimentales fue necesario asumir ciertas consideraciones. Así, el coeficiente de seguridad γ_c se igualó a la unidad. Para la realización de la comparativa se analizaron los resultados numéricos y experimentales en base a una viga habitual en construcción, tomando el valor de su anchura b_0 como 300 mm y su canto útil variable entre 300 y 650 mm. Se prescindió del esfuerzo axil en vigas, por lo que el valor medio de tensión σ'_{cd} se tomó como cero. Por último, hizo falta considerar un refuerzo con armadura longitudinal de barras de acero por lo que se tomó una cuantía moderada, $\rho_l = 0,015$.

Con estos condicionantes, además de conocer las resistencias a compresión y residuales a tracción por flexión de los seis hormigones estudiados, fue posible mostrar gráfica y analíticamente la comparativa entre los resultados experimentales y numéricos. De tal forma, primero se presenta la Tabla 3 con los resultados numéricos obtenidos (V_{Rd} según la EHE-08 y $V_{Rd,F}$ para el MC-2010) para una viga de dimensiones 300x450 mm² (ancho-canto útil) frente a los resultados experimentales para deslizamientos a cortante (V_{CSD}) de 0,5 y 2,5 mm.

Tabla 3. Valores de cortante (kN) normativo y experimental para una viga de sección 300x450 mm² (ancho-canto útil).

	V_{Rd}	$V_{Rd,F}$	V_{CSD} 0,5	V_{CSD} 2,5
SCS50	300,3	270,9	1096,2	119,5
SCS70	406,7	315,9	1756,4	217,6
VP6	159,8	171,9	375,3	140,4
VP75	167,1	178,2	576,5	194,4
SCP10	255,1	243,3	351,0	155,3
VP10	215,9	216,0	379,4	229,5

De manera gráfica, en las Figuras 3(a) a (c) se puede observar la comparativa de resistencias a cortante experimental frente a analítica de tres de los hormigones estudiados. Los tres que no se muestran tuvieron un comportamiento similar a los mostrados.

Analizando los resultados de los hormigones SCS cabe indicar que las resistencias esperadas a cortante según los resultados experimentales para un pequeño deslizamiento (0,5 mm) son muy superiores a los indicados por las normativas, aumentando linealmente en función del canto útil del elemento. Dichos valores son superiores en más de un 300% en relación a los valores de cálculo normativos. Sin embargo, al considerar los valores de deslizamiento a cortante de 2,5 mm, los

resultados indican que la resistencia a cortante calculada analíticamente supone una resistencia que el material no alcanza.

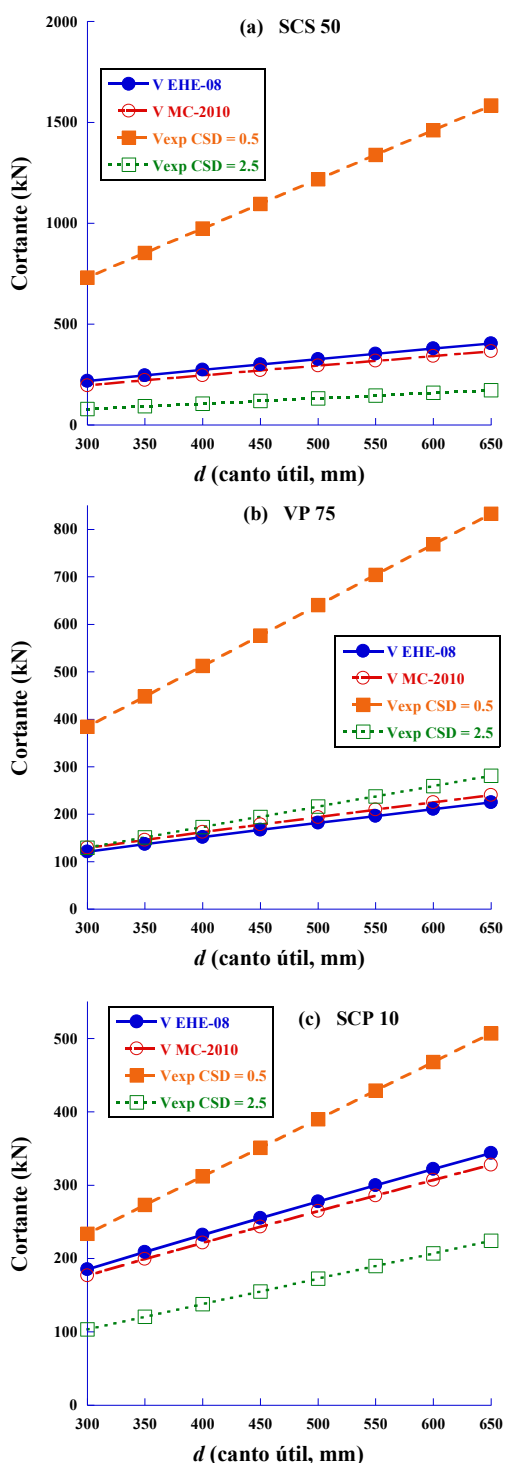


Figura 3. Valores de resistencia a cortante obtenidos de manera experimental frente a valores de acuerdo a la formulación normativa: (a) para el SCS50, (b) para el VP75 y (c) para el SCP10.

En el caso de los dos hormigones de moderada resistencia a compresión también los resultados experimentales para

un deslizamiento a cortante de 0,5 mm son muy superiores a calculado conforme a las normas. Sin embargo, para un deslizamiento mayor los resultados analíticos y experimentales son similares. En el VP6 los valores experimentales se encuentran por debajo de los analíticos, mientras que el VP75 muestra un comportamiento superior al predicho por las normas. Algo similar a lo expresado para el hormigón VP75 sucede en el VP10. Sin embargo, analizando los resultados del SCP10 su comportamiento se asemeja al de los hormigones reforzados con fibras de acero, todos ellos compactados por vibración. Tal y como se indicó, la orientación de las fibras en las probetas push-off se realizaron con las mitades residuales de ensayos a flexotracción, por lo que la orientación de las fibras no es la óptima para soportar esfuerzos cortantes.

CONCLUSIONES

En relación al esfuerzo cortante en el HRF nos encontramos con la inexistencia de unanimidad a la hora de considerar adecuada la formulación de cálculo indicada por las normativas vigentes. Por tal motivo se realizó el presente estudio sobre HRF con fibras de acero o de poliolefina. Las probetas empleadas, tipo push-off, se obtuvieron mediante mecanizado de las mitades resultantes de probetas ensayadas previamente a flexotracción, por lo que se puede decir que se consiguió un estudio mecánico bastante completo del comportamiento de los diferentes hormigones. Las conclusiones más destacadas son:

- Los valores de máxima resistencia a cortante se encuentran asociados a la matriz de hormigón en el HRF con fibras de poliolefina. Sin embargo, si el refuerzo se realiza con fibras de acero pueden observarse mejoras en la resistencia máxima en relación a un hormigón sin reforzar.
- Un incremento de fibras de acero de 20 kg/m³ (SCS70 frente a SCS50) puede suponer un aumento de un 42% en la resistencia máxima a cortante.
- Los valores de resistencia residual a cortante se encuentran asociados a la dosificación de las fibras. Para un deslizamiento a cortante de 1,5 mm la tensión residual que se produjo en el SCS50, con fibras de acero, es equivalente a la del VP6 con fibras de poliolefina, con un valor de 1,4 MPa. Para un deslizamiento a cortante de 1,5 mm la tensión residual del SCS70 fue superior en un 61% a la del SCS50 (20 kg/m³ menos de fibras).
- El comportamiento mostrado por el HRF en los ensayos permite concluir que los procesos de fractura se producen con un incremento importante de la ductilidad y las probetas mostraron la posibilidad de que se produzcan deslizamientos a cortante de hasta 6 mm sin que se produzca el colapso.
- La comparativa entre los resultados analíticos y experimentales mostraron que las normativas resultan muy conservadoras para deslizamientos a cortante de 0,5 mm. A medida que ese deslizamiento aumenta los resultados experimentales y numéricos son

equiparables. Para deslizamientos de 2,5 mm los resultados experimentales mostraron que, en hormigones autocompactantes elaborados para piezas a flexión, la orientación de las fibras puede no ser la más adecuada para soportar esfuerzos cortantes, por lo que las normas sobrevaloran la contribución de las fibras a la resistencia a cortante. Este fenómeno no se produjo en hormigones compactados por vibración.

AGRADECIMIENTOS

Los autores agradecen el apoyo financiero prestado por el Ministerio de Economía y Competitividad de España a través del Proyecto PID2019-108978RB-C31. También agradecen la contribución de Sika SAU a través de la Cátedra Universidad-Empresa "Cátedra Sika-UPM".

REFERENCIAS

- [1] M. di Prisco, G. Plizzari, and L. Vandewalle, "Fibre reinforced concrete: new design perspectives," *Materials and Structures*, vol. 42, no. 9, pp. 1261-1281, 2009.
- [2] F. Bencardino, L. Rizzuti, G. Spadea, and R. Swamy, "Experimental evaluation of fiber reinforced concrete fracture properties," *Composites Part B: Engineering*, vol. 41, no. 1, pp. 17-24, 2010.
- [3] Z. You, X. Chen, and S. Dong, "Ductility and strength of hybrid fiber reinforced self-consolidating concrete beam with low reinforcement ratios," *Systems Engineering Procedia*, vol. 1, pp. 28-34, 2011.
- [4] D.-Y. Yoo, T. Yuan, J.-M. Yang, and Y.-S. Yoon, "Feasibility of replacing minimum shear reinforcement with steel fibers for sustainable high-strength concrete beams," *Engineering Structures*, vol. 147, pp. 207-222, 2017.
- [5] A. Conforti, I. Trabucchi, G. Tiberti, G. A. Plizzari, A. Caratelli, and A. Meda, "Precast tunnel segments for metro tunnel lining: A hybrid reinforcement solution using macro-synthetic fibers," *Engineering Structures*, vol. 199, p. 109628, 2019.
- [6] M. G. Alberti, A. Enfedaque, J. C. Gálvez, and L. Pinillos, "Structural Cast-in-Place Application of Polyolefin Fiber-Reinforced Concrete in a Water Pipeline Supporting Elements," *Journal of Pipeline Systems Engineering and Practice*, vol. 8, no. 4, p. 05017002, 2017.
- [7] A. Conforti, F. Ortiz-Navas, A. Piemonti, and G. A. Plizzari, "Enhancing the shear strength of hollow-core slabs by using polypropylene fibres," *Engineering Structures*, vol. 207, p. 110172, 2020.
- [8] J. A. López, P. Serna, E. Camacho, H. Coll, and J. Navarro-Gregori, "First ultra-high-performance fibre-reinforced concrete footbridge in Spain: design and construction," *Structural Engineering International*, vol. 24, no. 1, pp. 101-104, 2014.
- [9] A. D. Cabo, C. Lázaro, and P. S. Ros, "Construcción de la JCHYPAR, una lámina delgada de hormigón reforzado con fibras de acero, en el oceanográfico de Valencia," *Hormigón y acero*, vol. 228, pp. 177-186, 2003.
- [10] International Federation for Structural Concrete (fib), *The fib Model Code for Concrete Structures 2010*. Lausanne, Switzerland: International Federation for Structural Concrete, 2010.
- [11] M. F. Ministerio de Fomento, *Instrucción de hormigón estructural*. EHE-08. 2008.
- [12] J. Krassowska, M. Kosior-Kazberuk, and P. Berkowski, "Shear behavior of two-span fiber reinforced concrete beams," *Archives of Civil and Mechanical Engineering*, vol. 19, no. 4, pp. 1442-1457, 2019.
- [13] F. Ortiz-Navas, J. Navarro-Gregori, G. Leiva, and P. Serna, "Comparison of macrosynthetic and steel FRC shear-critical beams with similar residual flexure tensile strengths," *Structural Engineering and Mechanics*, vol. 76, no. 4, pp. 491-503, 2020.
- [14] E. Cuenca, J. Echegaray-Oviedo, and P. Serna, "Influence of concrete matrix and type of fiber on the shear behavior of self-compacting fiber reinforced concrete beams," *Composites Part B: Engineering*, vol. 75, pp. 135-147, 2015.
- [15] A. Dev, M. Chellapandian, and S. S. Prakash, "Effect of Macrosynthetic and Hybrid Fibers on Shear Behavior of Concrete Beams Reinforced with GFRP Bars," *Journal of Bridge Engineering*, vol. 25, no. 7, p. 04020031, 2020.
- [16] M. G. Alberti, A. Enfedaque, and J. C. Gálvez, "Comparison between polyolefin fibre reinforced vibrated conventional concrete and self-compacting concrete," *Construction and Building Materials*, vol. 85, pp. 182-194, 2015.
- [17] M. G. Alberti, A. Enfedaque, J. C. Gálvez, and C. Álvarez, "Using Polyolefin Fibers with Moderate-Strength Concrete Matrix to Improve Ductility," *Journal of Materials in Civil Engineering*, vol. 31, no. 9, p. 04019170, 2019.
- [18] Á. Picazo, "Estudio experimental y numérico del comportamiento a cortante de hormigones reforzados con fibras de poliolefina y acero," Ph. D. Thesis, Technical University Madrid, Madrid, Spain., 2020.
- [19] Á. Picazo, J. C. Gálvez, M. G. Alberti, and A. Enfedaque, "Assessment of the shear behaviour of polyolefin fibre reinforced concrete and verification by means of digital image correlation," *Construction and Building Materials*, vol. 181, pp. 565-578, 8/30/ 2018.
- [20] C. European Committee for Standardization, "Test Method for Metallic Fiber Concrete. Measuring the Flexural Tensile Strength (Limit of Proportionality (LOP), Residual); EN14651:2007+A1," 2007.

TEORÍA DE CORTE-FRICCIÓN APLICADA AL HORMIGÓN REFORZADO CON FIBRAS DE ACERO

Á. Picazo¹, J. C. Gálvez², M. G. Alberti², A. Enfedaque²

¹ Departamento de Tecnología de la Edificación.
E.T.S. de Edificación. Universidad Politécnica de Madrid.
Avda. Juan de Herrera 6, 28040 Madrid-España

² 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

RESUMEN

El hormigón reforzado con fibras de acero (HRFA) puede tener carácter estructural si cumple las condiciones establecidas por las normas de hormigón estructural basadas en resistencias residuales en ensayos de fractura en Modo I. Sin embargo, para fractura en Modo II no parece adecuado el uso de dichas resistencias. Por esto sigue siendo campo de investigación el estudio del HRFA ante los mecanismos resistentes de engranamiento de áridos y efecto pasador de la armadura conforme a la teoría de corte-fricción. Cabe recordar que las fibras mejoran el comportamiento del material frente a tensiones de corte en una grieta ya que cosen los labios de la fisura, reduciendo su apertura normal y aumentando el rozamiento del material. Con estos antecedentes, se diseñó y desarrolló una campaña experimental sobre HRFA para la obtención de los desplazamientos relativos entre los lados de las fisuras en probetas tipo “push-off” sometidas a esfuerzos de corte directo y adaptar la teoría de corte-fricción desarrollada por Walraven para hormigón en masa. Del estudio comparativo entre los resultados experimentales y el modelo analítico de corte-fricción se concluye que el modelo analítico propuesto se adapta al comportamiento del HRFA, una vez creada la fisura de cortante, reproduciendo de forma adecuada los desplazamientos normales y tangenciales en la fisura sometida a tensiones tangenciales.

PALABRAS CLAVE: Teoría de corte-fricción, hormigón reforzado con fibras de acero, esfuerzo cortante, ensayos “push-off”, deslizamiento a cortante

ABSTRACT

Steel fibre reinforced concrete (SFRC) can be considered in structural design if the requirements established by structural concrete regulations are met. Such requirements are based on residual strengths obtained with fracture testes in Mode I. However, for fracture in Mode II it is not clear that such residual strengths are appropriate to be used for structural design. This is why the SFRC study of the resistant mechanisms of aggregate interlock and dowel action, according to shear-friction theory, remains a field of research. It is worth noting that fibres improve the behaviour of the material as they bridge both sides of the crack, reducing their development opening and sliding, preventing the collapse of the material. Based on this background, an experimental campaign on SFRC was conducted to obtain the relative displacements between the lips of the cracks in push-off specimens subjected to shear loading. In addition, the Walraven shear-friction theory is adapted for the simulation of the experimental results. Based on this comparison it is concluded that the analytical model is suitable for simulating post-cracking behaviour of SFRC under shearing loading.

KEYWORDS: Shear-friction theory, steel fibre reinforced concrete, shear strength, push-off test, shear slip

INTRODUCCIÓN

El refuerzo del hormigón mediante fibras aleatoriamente dispuestas es una técnica ampliamente usada en los últimos 50 años [1-3]. La capacidad resistente de las fibras puede ser considerada en el cálculo estructural del hormigón debido a que las fibras mejoran la resistencia a

tracción y flexión del material [4]. Los requerimientos, para considerar la contribución de las fibras en el cálculo, vienen determinados por diversas normas [5-7]. Estos requisitos están basados en ensayos de fractura en Modo I [8] por lo que, la mayoría de la literatura científica se ha basado en estos ensayos. Las citadas normativas consideran la capacidad resistente de las fibras en función

de las resistencias residuales a tracción por flexión denominadas f_{R1} y f_{R3} . Sin embargo, es en este punto donde todavía se producen discrepancias a la hora de aceptar como válidas estas resistencias residuales para el cálculo de elementos sometidos a esfuerzos diferentes, como a cortante [1, 9-11].

Es unánime la opinión de que el refuerzo del hormigón con fibras permite la reducción, e incluso la eliminación, del armado tradicional de cercos [12]. Pese a ello, todavía existe incertidumbre a la hora de determinar y cuantificar los mecanismos resistentes ante esfuerzos cortantes en el HRFA [13]. Para poder mejorar en el conocimiento de los mecanismos que se movilizan en un elemento de hormigón fisurado sometido a cortante es necesario identificarlos: tensiones tangenciales en la zona de hormigón no fisurada, engranamiento de áridos, efecto pasador de la armadura longitudinal, efecto arco y tensiones residuales de tracción en las fisuras [14]. De tal forma, la teoría más extendida y utilizada para el estudio del esfuerzo cortante sobre el hormigón es la de corte-fricción [15].

Para poder estudiar el HRFA en relación a la teoría de corte-fricción fue necesario obtener los desplazamientos relativos entre ambos lados de la sección fisurada. Con tal fin se emplearon hormigones estudiados previamente que cumplieron con las condiciones normativas para considerar su carácter estructural [16]. Los HRFA empleados estaban reforzados con fracciones volumétricas del 0,64% y 0,89%. La campaña experimental de obtención de datos se basó en probetas tipo push-off [17, 18] de HRFA sin refuerzo de cercos. Para la obtención de desplazamientos relativos en la fisura se empleó un sistema de vídeo-extensometría con el que, además, se obtuvieron los mapas de deformación [19].

La importancia de este estudio radica en la mejora del conocimiento de los mecanismos de engranamiento de áridos y efecto pasador de las fibras en el HRFA en relación a la teoría de corte-fricción, ampliamente aceptada para cortante en el hormigón reforzado con barras de acero.

OBTENCIÓN DE DATOS EXPERIMENTALES PARA EL MODELO

2.1. Ensayos push-off

Se emplearon dos hormigones autocompactantes reforzados con 50 y 70 kg/m³ (0,64% y 0,89% de fracción volumétrica), denominados SCS50 y SCS70. La dosificación del hormigón y las principales propiedades mecánicas, junto con las verificaciones de su capacidad estructural conforme a normas, se encuentran publicadas anteriormente [16].

Los ensayos realizados fueron del tipo push-off. Las probetas tienen forma de prisma con dos entallas contrapuestas, mostrando una forma de “Z”. Entre las puntas de las entallas se forma una sección de ligamento sobre la que se aplica la carga vertical [20]. Las probetas no fueron prefisuradas y la máquina de ensayos tenía una

capacidad máxima de carga de 500 kN, siendo controlada mediante desplazamiento del actuador con una velocidad constante de 1 μm/s. Se dispuso un sistema de vídeo-extensometría formado por dos cámaras de 5 MPx encargadas de monitorizar las secciones de ligamento de las probetas. Este sistema se asoció con los datos de la máquina de ensayos según una imagen por segundo, lo que permitió obtener de manera relacionada los datos de tiempo, desplazamiento, carga y deslizamiento a cortante con los vídeos.

2.2. Abertura de fisura y deslizamientos a cortante mediante vídeo-extensometría

El sistema de vídeo-extensometría permitió obtener distancias relativas entre puntos de la superficie de las probetas a lo largo de todos los ensayos. En la Figura 1(a) se muestra la colocación de extensómetros virtuales al final de un ensayo. La diferencia relativa de distancias verticales y horizontales entre los puntos refleja la apertura de la fisura y el deslizamiento a cortante.

Con los datos obtenidos en los ensayos se desarrollaron curvas de apertura de fisura frente a deslizamiento a cortante. Éstas se muestran en la Figura 1(b) en comparación a la indica en la teoría de corte-fricción [15] para un hormigón con armadura de refuerzo en la discontinuidad.

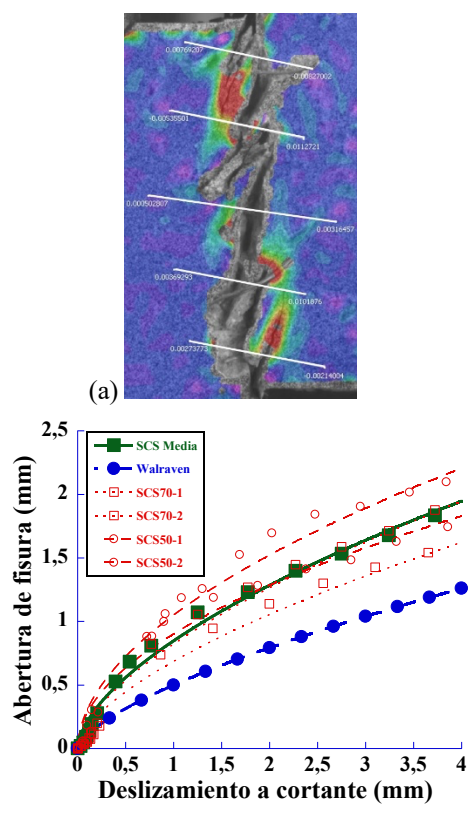


Figura 1. (a) extensómetros virtuales y (b) gráficas de apertura de fisura frente a deslizamientos a cortante.

Otro factor a considerar a la hora de comparar los resultados analíticos-experimentales es que, en las

probetas, las fibras estaban aleatoriamente dispuestas, en tanto que analíticamente los cercos se disponen de manera favorable para soportar el esfuerzo cortante. Así, en la campaña experimental, solamente las fibras fueron las encargadas de soportar la tensión normal en la fisura.

MODELO DE CORTE-FRICCIÓN

El modelo de corte-fricción [15] estudiado en comparación con los resultados experimentales de SFRC sometido a esfuerzo de cortante se puede resumir, según la Figura 2(a): el esfuerzo cortante provoca la generación y desarrollo de fisuras del hormigón produciéndose un deslizamiento relativo entre sus caras. Este desplazamiento se ve impedido por la rugosidad entre la intercara y por acción del refuerzo en la fisura. Si aumenta el esfuerzo cortante se produce el encabalgamiento de una cara sobre la otra, provocando la abertura de la fisura y que las fibras trabajen a tracción evitando dicha abertura y haciendo trabajar al hormigón a compresión en ambas caras. Los principales parámetros a considerar en esta teoría son: el esfuerzo cortante, la resistencia del hormigón, la rugosidad de la intercara y el refuerzo.

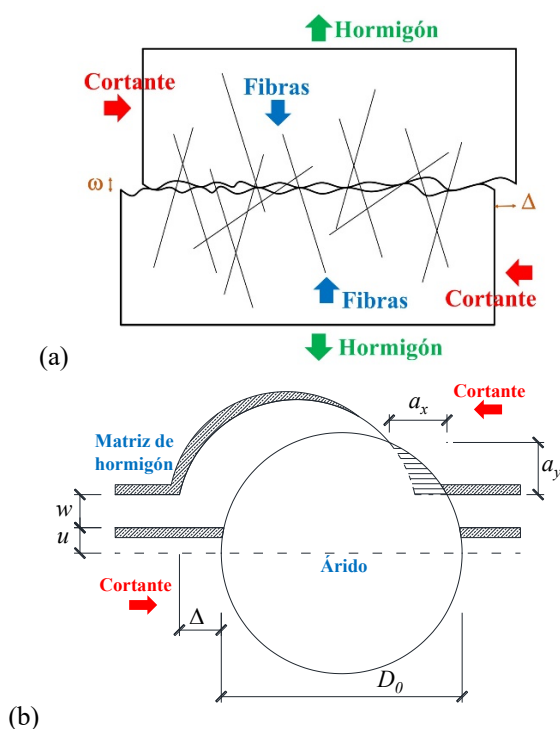


Figura 2. (a) esquema de los mecanismos resistentes de la teoría corte-fricción y (b) parámetros empleados para el cálculo de la relación entre las proyecciones de las áreas de contacto y los desplazamientos en las caras de la fisura (adaptado de [15]).

3.1. Engranamiento de los áridos

Para poder implementar el modelo de corte-fricción es necesario considerar que la fisura se produce, en hormigones normales, en la matriz, alrededor de los

áridos. Igualmente, la discontinuidad se considera como un plano y los áridos se asemejan a esferas. Por último, la matriz del hormigón tiene un comportamiento rígido-plástico. De tal forma, como se puede ver en la Figura 2(b), los áridos de una cara de la fisura provocan un engranamiento con la matriz de la cara contraria por deformación plástica de ésta. Por tanto, existirá contacto árido-matriz que provocará áreas de contacto en los ejes “x” e “y”. De tal forma, las tensiones longitudinales y tangenciales se pueden expresar con las ecuaciones (1) y (2), respectivamente.

$$\sigma = \sigma_{pu}(A_x - \mu \cdot A_y) \quad (1)$$

$$\tau = \sigma_{pu}(A_y + \mu \cdot A_x) \quad (2)$$

Siendo: σ_{pu} el límite elástico de la matriz, A_x y A_y el sumatorio de las proyecciones de las áreas de contacto por unidad de superficie áridos-matriz y μ el coeficiente de rozamiento árido-matriz. Según la Figura 2(b), también existe relación entre los desplazamientos entre las caras de las fisuras (w es la abertura de fisura y Δ el deslizamiento por cortante) y las proyecciones de las áreas de contacto por unidad de superficie.

3.2. Efecto pasador

El efecto pasador se produce en piezas armadas sometidas a cortante como consecuencia de la resistencia de las barras de refuerzo dispuestas en el plano de la fisura. Este efecto, en el HRFA sin armadura de cercos, tiene que ser soportado por la resistencia a tracción del hormigón y la contribución de las fibras. Los mecanismos que se movilizan no tienen un comportamiento frágil, permitiendo la redistribución de tensiones tangenciales en el plano de fisuración. Para considerar el refuerzo de las fibras se empleó la ecuación (3), tomada de la teoría de corte-fricción y adaptada al HRFA.

$$F_{df} = \frac{(10 \cdot (w+0.2)^{-1} \cdot \Delta^{0.36} \cdot \phi_f^{1.75} \cdot n_f^2 \cdot \theta)}{A_c} \quad (3)$$

Donde: ϕ es el diámetro de una barra de acero, ϕ_f el diámetro de una fibra de acero, n_f el número de fibras en la discontinuidad, θ el coeficiente de orientación de las fibras [21] y A_c el área de la sección de hormigón en la discontinuidad.

3.3. Secciones fisuradas sometidas a esfuerzo cortante con refuerzo de fibras de acero

En la sección fisurada de HRFA no sólo se producen los mecanismos de transmisión de fuerzas de engranamiento de áridos y efecto pasador. Las fibras son las encargadas de soportar una fuerza normal en la sección que impide que la probeta push-off se rompa en dos mitades. Esta fuerza es función del número de fibras y de su resistencia. Para considerar la resistencia de las fibras se tiene que especificar que se debe considerar el menor valor, entre

la resistencia a tracción y la de arrancamiento de la matriz. Esta consideración se demostró experimentalmente durante el conteo de las fibras en la sección de la fisura, ya que todas las fibras de acero se encontraron arrancadas de la matriz, nunca rotas. Para poder implementar en el modelo numérico la tensión generada por la fuerza indicada se utilizó la ecuación (4).

$$\sigma_f \cdot \rho_f = \sigma_c \Rightarrow \sigma_f = \frac{\sigma_c}{\rho_f} = \frac{\sigma_{pu} \cdot (A_x - \mu \cdot A_y)}{\frac{n^{\circ} f \cdot A_f \cdot \theta}{A_c}} = \frac{A_c \cdot \sigma_{pu} \cdot (A_x - \mu \cdot A_y)}{n^{\circ} f \cdot A_f \cdot \theta} \quad (4)$$

Donde ρ_f es la cuantía de fibras, σ_c la tensión normal en el hormigón y A_f el área de la sección transversal de una fibra.

De tal forma, se produce un equilibrio de fuerzas en la discontinuidad, representado en la Figura 3(a). La fuerza de la máquina de ensayos es la denominada L_e , L_p es la del efecto pasador, L_h la fuerza normal sobre las fibras, A_v y A_h las fuerzas horizontales y verticales del engranamiento de los áridos y, por último, una fuerza, de valor despreciable, A_2 , correspondiente al engranamiento de los áridos no embebidos en la discontinuidad.

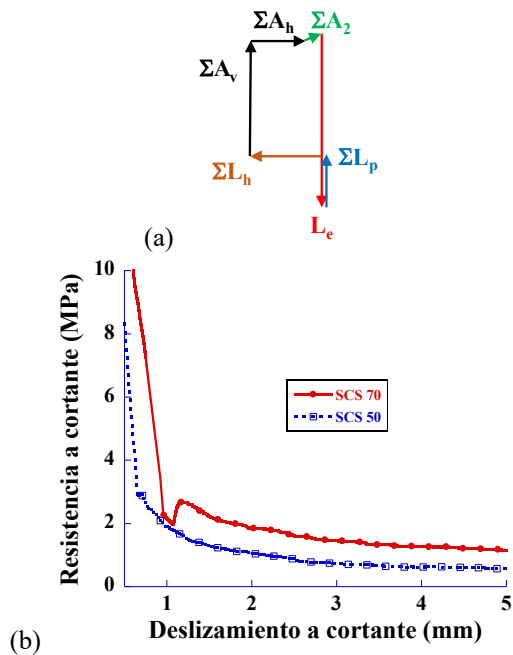


Figura 3. (a) equilibrio de fuerzas en una discontinuidad reforzada con fibras de acero y (b) detalle, de la zona post-fisuración del HRFA, de la gráfica tensión-deslizamiento a cortante experimental de los HRFA estudiados.

3.4. Variables a considerar en el modelo numérico de corte-fricción en HRFA

Las variables consideradas en el modelo numérico de corte-fricción sobre SFRC son: resistencia a compresión

del hormigón sin reforzar, el diámetro máximo del árido, la relación entre el volumen de áridos y de hormigón, el coeficiente de rozamiento entre las caras de la discontinuidad, la sección de ligamento, la abertura crítica del hormigón, el diámetro de las fibras de acero, el número teórico de fibras, el coeficiente de orientación de éstas, la resistencia a tracción de las fibras y la tensión de arrancamiento de las fibras.

COMPARATIVA DE RESULTADOS EXPERIMENTALES FRENTE A ANALÍTICOS

4.1. Resultados experimentales

El comportamiento experimental de los dos HRFA estudiados fue el esperado. Una primera rama lineal de carga hasta el punto de inflexión para producirse una caída brusca de la misma, aparejada a un deslizamiento a cortante importante. Posteriormente, gracias a la entrada en carga de las fibras, se produjo un descenso poco pronunciado de las resistencias residuales. El comportamiento indicado post-fisuración se muestra en la Figura 3(b). Esta zona del ensayo mostrada en la Figura 3(b) es la que se comparó con el modelo, ya que es cuando las fibras gobiernan el comportamiento post-fisuración del HRFA.

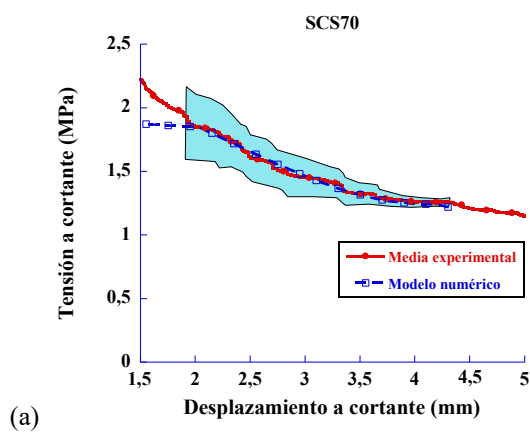
Debido a que en el modelo estudiado existen diversas variables, éstas se tienen que ajustar para cada tipo de hormigón, por lo que se realizó una comparación experimental-numérica para cada hormigón.

4.2. Comparativa experimental-numérica en el SCS70

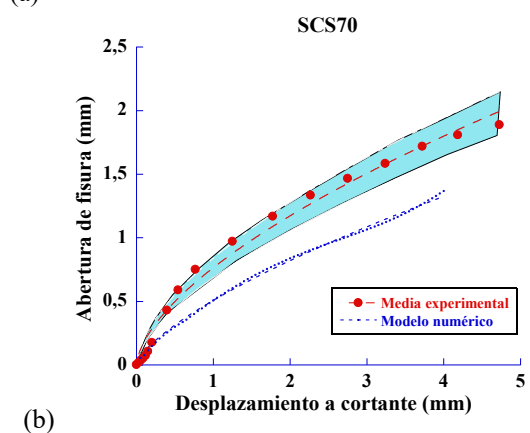
Mediante la introducción de las variables para el SCS70 se pudo realizar la comparativa de los resultados experimentales frente a los obtenidos por el modelo numérico. De tal forma, en la Figura 4(a) se muestra la gráfica de tensión frente a deslizamiento a cortante para la zona de validez del modelo. Con el fin de centrar la atención en la comparativa buscada se ha eliminado de la gráfica de la Figura 4(a) la zona correspondiente a la rama inicial de carga y a parte de la caída brusca posterior al inicio de la fisuración. Se puede ver la línea correspondiente a la media de las probetas ensayadas, junto a su zona de influencia frente al desarrollo numérico analizado. A partir de un deslizamiento a cortante, en el entorno de los 2 mm, y hasta un deslizamiento de 4.5 mm el comportamiento del SFRC según el modelo numérico y experimental resultó muy ajustado en la zona de validez del modelo.

De igual forma, se estudió el comportamiento del material respecto a la relación abertura de fisura frente a deslizamiento a cortante. Según la Figura 4(b) se puede ver que los resultados predichos por el modelo y los experimentales guardan una semejanza de forma evidente. En el caso del modelo se produjo un menor valor de abertura de fisura que en los resultados experimentales, para un mismo valor de desplazamiento. Esta diferencia de comportamiento puede ser motivado porque en las probetas ensayadas no estaban

prefisuradas, en tanto que las obtenidas para el modelo están basadas en probetas prefisuradas.



(a)



(b)

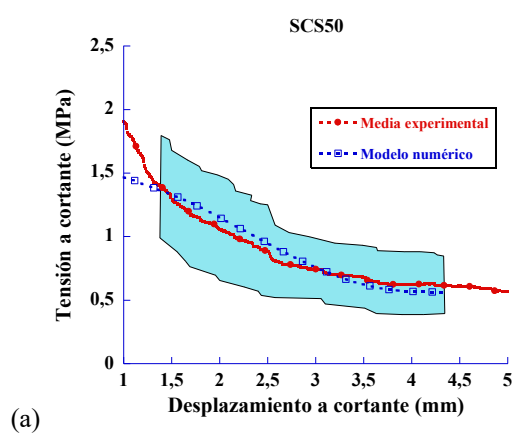
Figura 4. (a) detalle de la gráfica tensión-desplazamiento a cortante de las probetas SCS70 comparativa experimental-analítica y (b) gráficas apertura de fisura frente a deslizamiento a cortante para el SCS70.

4.3. Comparativa experimental-numérica en el SCS50

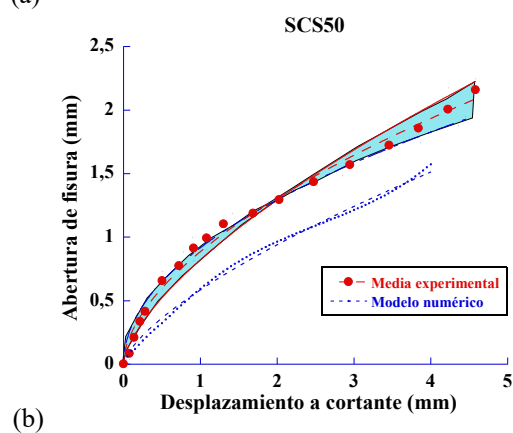
De igual manera a lo descrito para el SCS70, se introdujeron las variables en el modelo y los resultados obtenidos al comparar los resultados del modelo y los experimentales se indican a continuación. En la Figura 5(a) se observa la comparativa de las gráficas tensión frente a desplazamiento a cortante de los resultados experimentales y la media de las probetas ensayadas, junto a su ámbito de influencia. En el caso de los SCS50 la semejanza entre los resultados analíticos y experimentales se muestra a partir de un desplazamiento a cortante menor al del SCS70, en este caso en los 1.5 mm. La similitud de comportamiento de la media de los ensayos frente a la predicción del modelo es importante y se desarrolla hasta un desplazamiento de 4,3 mm.

También se desarrolló la comparativa analítica-experimental en la gráfica de apertura frente a desplazamiento, según la Figura 5(b). El comportamiento del SCS50 sigue la misma pauta del SCS70. Se aprecia un comportamiento similar en el modelo numérico y el experimental. Sin embargo, en el modelo analítico la

apertura de fisura es menor en el modelo debido, como se indicó, a que las probetas no fueron prefisuradas.



(a)



(b)

Figura 5. (a) detalle de la gráfica tensión-desplazamiento a cortante de las probetas SCS50 comparativa experimental-analítica y (b) gráficas apertura de fisura frente a deslizamiento a cortante para el SCS50.

CONCLUSIONES

Se analizó el comportamiento experimental de HRFA sometido a esfuerzos de corte directo y se mostró el comportamiento de los HRFA a cortante: una rama de carga lineal gobernada por la resistencia de la matriz, tras la cual se produjo un punto de inflexión antes de una rama brusca de descarga asociada a un importante deslizamiento a cortante y apertura de fisura. Tras esta segunda rama se produjo una descarga suave debida a la aportación resistente de las fibras.

Se desarrolló un modelo numérico basado en la teoría de corte-fricción en la rama residual del HRFA sometido a cortante. Para la obtención de los desplazamientos y apertura de fisura se utilizó un sistema de vídeo-extensometría del que se obtuvieron datos válidos para realizar la comparativa experimental-numérica. Los resultados del modelo numérico de corte-fricción se compararon con los experimentales, obteniéndose un buen ajuste.

Mediante los desplazamientos se pudieron obtener las tensiones que se producen en la discontinuidad del HRFA. El conocimiento de estas tensiones a cortante es

importante en el diseño de la mecánica de fractura. De tal forma, las resistencias residuales a cortante se podrían integrar a lo largo de las secciones del elemento estructural para poder obtener valores de cálculo en función de su capacidad de carga a cizallamiento.

De la comparativa numérico-experimental en el HRFA sometido a cortante se puede indicar que los ajustes del modelo fueron válidos desde el momento post-fisuración en el que las fibras gobiernan el comportamiento del HRFA.

AGRADECIMIENTOS

Los autores agradecen el apoyo financiero prestado por el Ministerio de Economía y Competitividad de España a través del Proyecto PID2019-108978RB-C31. También agradecen la contribución de Sika SAU a través de la Cátedra Universidad-Empresa "Cátedra Sika-UPM".

REFERENCIAS

- [1] A. Conforti, F. Ortiz-Navas, A. Piemonti, and G. A. Plizzari, "Enhancing the shear strength of hollow-core slabs by using polypropylene fibres," *Engineering Structures*, vol. 207, p. 110172, 2020.
- [2] J. A. López, P. Serna, E. Camacho, H. Coll, and J. Navarro-Gregori, "First ultra-high-performance fibre-reinforced concrete footbridge in Spain: design and construction," *Structural Engineering International*, vol. 24, no. 1, pp. 101-104, 2014.
- [3] G. Plizzari and G. Tiberti, "Steel fibers as reinforcement for precast tunnel segments," *Tunnelling and Underground Space Technology*, vol. 21, no. 3, pp. 438-439, 2006.
- [4] A. M. Brandt, "Fibre reinforced cement-based (FRC) composites after over 40 years of development in building and civil engineering," *Composite structures*, vol. 86, no. 1, pp. 3-9, 2008.
- [5] American Concrete Institute, 544.3R-08: Guide for Specifying, Proportioning, and Production of Fiber-Reinforced Concrete. Farmington Hills, MI, USA: American Concrete Institute (ACI), 2008.
- [6] International Federation for Structural Concrete (fib), *The fib Model Code for Concrete Structures 2010*. Lausanne, Switzerland: International Federation for Structural Concrete, 2010.
- [7] M. F. Ministerio de Fomento, *Instrucción de hormigón estructural. EHE-08*. 2008.
- [8] C. European Committee for Standardization, "Test Method for Metallic Fiber Concrete. Measuring the Flexural Tensile Strength (Limit of Proportionality (LOP), Residual); EN14651:2007+A1," 2007.
- [9] E. Cuenca, J. Echegaray-Oviedo, and P. Serna, "Influence of concrete matrix and type of fiber on the shear behavior of self-compacting fiber reinforced concrete beams," *Composites Part B: Engineering*, vol. 75, pp. 135-147, 2015.
- [10] J. Krassowska, M. Kosior-Kazberuk, and P. Berkowski, "Shear behavior of two-span fiber reinforced concrete beams," *Archives of Civil and Mechanical Engineering*, vol. 19, no. 4, pp. 1442-1457, 2019.
- [11] F. Ortiz-Navas, J. Navarro-Gregori, G. Leiva, and P. Serna, "Comparison of macrosynthetic and steel FRC shear-critical beams with similar residual flexure tensile strengths," *Structural Engineering and Mechanics*, vol. 76, no. 4, pp. 491-503, 2020.
- [12] Y. L. Voo, W. K. Poon, and S. J. Foster, "Shear strength of steel fiber-reinforced ultrahigh-performance concrete beams without stirrups," *Journal of structural engineering*, vol. 136, no. 11, pp. 1393-1400, 2010.
- [13] E. Cuenca, *On shear behavior of structural elements made of steel fiber reinforced concrete*. 2012.
- [14] H. P. Taylor, "The fundamental behavior of reinforced concrete beams in bending and shear," *Special Publication*, vol. 42, pp. 43-78, 1974.
- [15] J. C. Walraven, "Aggregate interlock: a theoretical and experimental analysis," 1980.
- [16] Á. Picazo, "Estudio experimental y numérico del comportamiento a cortante de hormigones reforzados con fibras de poliolefina y acero," Ph. D. Thesis, Technical University Madrid, Madrid, Spain., 2020.
- [17] J. Echegaray, "Upgrading the push-off test to analyze the contribution of steel fiber on shear transfer mechanisms," 2014.
- [18] P. Jongvivatsakul, A. Attachaiyawuth, and W. Pansuk, "A crack-shear slip model of high-strength steel fiber-reinforced concrete based on a push-off test," *Construction and Building Materials*, vol. 126, pp. 924-935, 2016.
- [19] Á. Picazo, J. C. Gálvez, M. G. Alberti, and A. Enfedaque, "Assessment of the shear behaviour of polyolefin fibre reinforced concrete and verification by means of digital image correlation," *Construction and Building Materials*, vol. 181, pp. 565-578, 8/30/ 2018.
- [20] E. Cuenca and P. Serna, "Shear behavior of Self-Compacting concrete and Fiber-Reinforced concrete push-off specimens," in *Design, Production and Placement of Self-Consolidating Concrete*: Springer, 2010, pp. 429-438.
- [21] M. G. Alberti, A. Enfedaque, J. C. Gálvez, and V. Agrawal, "Fibre distribution and orientation of macro-synthetic polyolefin fibre reinforced concrete elements," *Construction and Building Materials*, vol. 122, pp. 505-517, 2016.

EXPERIMENTAL AND NUMERICAL ANALYSIS OF BRAZILIAN TESTS IN THE DETERMINATION OF THE TENSILE STRENGTH OF UHPFRC

B. Sanz^{1*}, J. Planas¹, V. Rey¹, R. Sancho¹, J.C. Sanz¹, J.M. Sancho², F. Gálvez¹

¹Dep. de Ciencia de Materiales, E.T.S. de Ingenieros de Caminos, Canales y Puertos, Universidad Politécnica de Madrid, C/ Profesor Aranguren 3, 28040 Madrid, España.

²Dep. de Estructuras de Edificación, E.T.S. de Arquitectura, Universidad Politécnica de Madrid, Avda. Juan de Herrera 4, 28040 Madrid, España.

*Corresponding author: beatriz.sanz@upm.es

RESUMEN

Uno de los ensayos más empleados para determinar la resistencia a tracción de materiales casi-frágiles es el ensayo brasileño. Este ensayo presenta la ventaja de su fácil ejecución con respecto al ensayo de tracción directa, y proporciona un valor adecuado de la resistencia a partir de la carga máxima si se toman las limitaciones oportunas de velocidad de carga y ancho de las bandas de reparto. En el caso de hormigón de ultra-alta resistencia reforzado con fibras (UHPFRC por sus siglas en inglés), no es evidente que el ensayo brasileño sea aplicable para determinar la resistencia a tracción del material base, debido a la posible aparición de un segundo pico de carga, especialmente en los casos con endurecimiento. En este trabajo se estudia la validez del ensayo mediante un análisis experimental y numérico. Para ello se han realizado simulaciones con el programa de elementos finitos COFE (Continuum Oriented Finite Element), utilizando elementos con fisura cohesiva embebida adaptable y una ley-tensión separación adecuada. Los resultados numéricos se comparan con los de experimentos realizados con probetas con un contenido de fibras fijo y con material base sin fibras.

PALABRAS CLAVE: UHPFRC, Ensayo brasileño, Tracción indirecta, Simulación numérica

ABSTRACT

One of the tests most used in the determination of the tensile strength of quasi-brittle materials is the Brazilian test. It has the advantage of its easy performance with respect to the direct test, and provides an adequate value of the strength from the measurement of the maximum load, provided that the loading rate and the bearing bands are properly limited. In the case of ultra-high performance fiber reinforced concrete (UHPFRC) applicability of the Brazilian test for determining the tensile strength of the base material is not evident due to the potential appearance of a second peak of load, especially in the cases with hardening. In this work validity of the test is studied by means of an experimental and numerical analysis. Simulations have been carried out within the finite element framework COFE (Continuum Oriented Finite Element), by using elements with an embedded adaptable cohesive crack and an adequate traction-separation law. The numerical results are compared to those of experiments conducted for specimens with a given contents of fibers and for base material without fibers.

KEYWORDS: UHPFRC, Brazilian test, Splitting test, Numerical simulation

1 INTRODUCTION

Ultra-high performance concrete (UHPC) is an emerging material with a growing interest in the fields of civil engineering and construction due to its high compressive strength. The addition of fibers improves the mechanical properties of that, leading to the material so-called ultra-high performance fiber-reinforced concrete (UHPFRC) (see [1] for a recent review of that). In particular, the tensile behavior is enhanced, with the corresponding modification of the traction-separation law after the peak load, and even leading to hardening.

One of the tests most used to determine the tensile strength

of quasi-brittle materials such as concrete is the diagonal compression test, also known as the *Brazilian test*. This test presents the advantage of its easy performance with respect to the direct tensile test. In the case of ordinary concrete, it provides an accurate value of the tensile strength if the loading rate and the width of the bearing bands are properly limited [2, 3]. However, it is not evident the validity of this test in the case of UHPFRC, due to the crack-bridging effect of the fibers which may lead to a possible second peak of load. Moreover, direct tests are mainly found in the literature (see [4, 5] as examples).

In order to assess applicability of the Brazilian test to UHPFRC, an experimental and numerical study has been

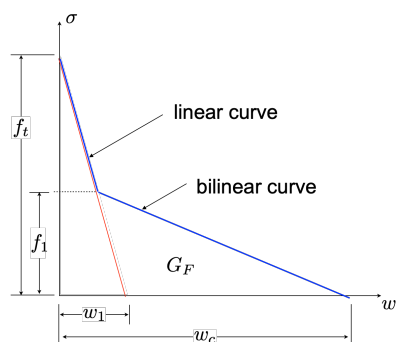


Figure 1. Linear softening curve and bilinear softening curve of concrete.

carried out and is presented in this work. Numerical simulations have been conducted assuming that concrete follows a cohesive behavior, as firstly introduced by Hillerborg et al [6], and several softening curves have been used to simulate the bridging effect of fibers. In parallel an experimental campaign has been carried out for two types of concretes and the curves of load versus displacement and crack width are analyzed.

In the paper, Section 2 presents the numerical model, parameters of the simulations and numerical results, Section 3 describes the materials and experimental devices used in the experiments, Section 4 discusses the main experimental results, and Section 5 summarizes the conclusions of this work.

2 NUMERICAL SIMULATIONS

2.1 Numerical model and parameters

Numerical simulations of the Brazilian test have been carried out within the finite element framework COFE (*Continuum Oriented Finite Element*). It implements elements with an embedded adaptable cohesive crack [7, 8]. In those, the crack is allowed to change its direction to adapt to the local stress field, until a given crack width is reached $w_{th} = \alpha' w_1$, where α' is the *adaption factor* and is equal to 0.2 [7], and w_1 is the horizontal intercept of the linear softening curve, as defined in Fig. 1.

The fracture behavior of concrete was assumed to follow the standard cohesive model introduced by Hillerborg et al [6]. In that model, cracks are assumed to transmit stress at their faces following a softening curve, which depends on the crack width. See [9] for the details of implementation of a recent generalized model to describe most of the traction-separation laws found in the literature and the basis of the formulation in COFE.

In particular, in this work linear and bilinear softening curves have been used, as sketched in Fig. 1. The linear curve is defined by the tensile strength f_t of the material and the horizontal intercept w_1 , while the bilinear curve is defined by the two latter, the fracture energy of concrete G_F and the stress f_1 of the break point of the curve, which for convenience can be written as $f_1 = \gamma f_t$.

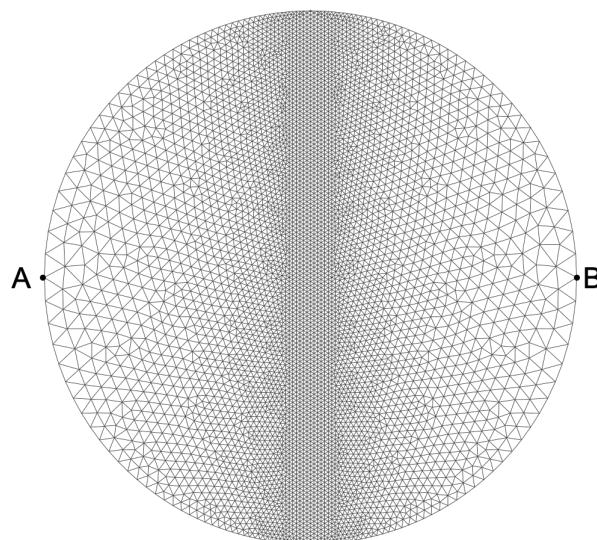


Figure 2. Mesh used in the simulations.

Taking into account that $\gamma = 0$ leads to a linear softening curve, four values of γ were considered in this work: 0, 0.5, 0.6 and 0.7. To account for the effect of fiber-bridging, softening tails much longer than those for ordinary concrete were considered, with final crack width $w_c = 117w_1$.

Two-dimensional models of the specimens were used as those shown in Fig. 2. The mesh was generated with the program Gmsh [10]. The elements were constant strain gradient triangles. Dimensionless simulations were carried out, applying a uniform load to the nodes corresponding to the boundaries of the test. The simulations were driven by the horizontal displacement of the two points labeled as A and B in the figure (CMOD in the following), in order to obtain stable calculations. The material was modeled as linear elastic with $\nu = 0.17$ and the corresponding linear or bilinear softening curve.

2.2 Results of the simulations

Figure 3 shows the results of the numerical simulations. The dashed lines with open symbols display the curves of load versus CMOD, and the continuum lines with solid symbols the curves of load versus maximum crack width (w in the figure). Note that the result obtained in the simulation represents the load divided by the maximum load.

It is observed that in the case of bilinear softening simulating the bridging effect of fibers, a hardening behavior is obtained. This means that a second peak of load may appear. The higher the factor γ (i.e., the break point of the bilinear curve and, thus, the fracture energy), the higher the tail in the curves, so there may be particular cases in which the second peak is greater than the first one. Therefore, it is not evident that the Brazilian test allows the first peak to be measured and calls for further attention, which motivated the experiments presented in this work.

In order to complete the results of the numerical simula-

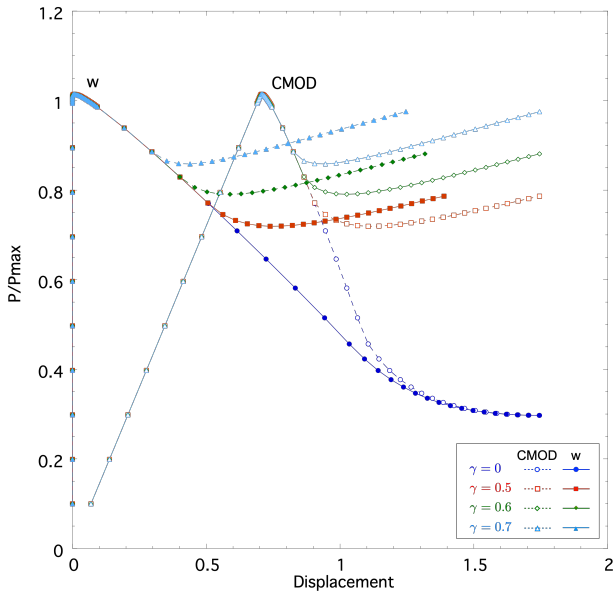


Figure 3. Results of the simulations: curves of load versus CMOD and versus maximum crack width w .

tion, Fig. 4 shows two examples of the final crack pattern: one corresponding to the simulation with linear softening and the other for the simulation with $\gamma = 0.7$. Note that in both cases the maximum crack width occurs at the central part of the specimen.

3 EXPERIMENTAL METHOD

3.1 Materials and specimens

An ultra-high performance fiber reinforced concrete was fabricated in laboratory conditions, using Premix Ductal®. For the sake of confidentiality of the manufacturer of this material, the mix proportions are not displayed. Smooth steel fibers were used, which were 0.2 mm in diameter and 14 mm in length. Distilled water was added to the mixture in order not to favor corrosion of the fibers. It should be noticed that due to the Covid-19 pandemic the specimens were prepared one year after receiving the components, which may affect the results.

Two batches were prepared: one containing base ultra-high performance concrete, labeled as *Concrete A*, and another containing 2% of fibers by volume, labeled as *Concrete B*. In both cases, the base material was identical, and the only difference is the addition of fibers in a given content.

An orbital concrete mixer was used, with a maximum capacity of 60 l and a power of 2.2 kW, as recommended by the manufacturer. Firstly the premix material was added and mixed; then the liquid components were incorporated and mixed until a homogeneous material was obtained; finally fibers were added and mixed in the case of Concrete B. After that, the concrete was poured into steel molds and compacted in a vibrating table. The specimens were kept in laboratory conditions for the first 24 h, covered

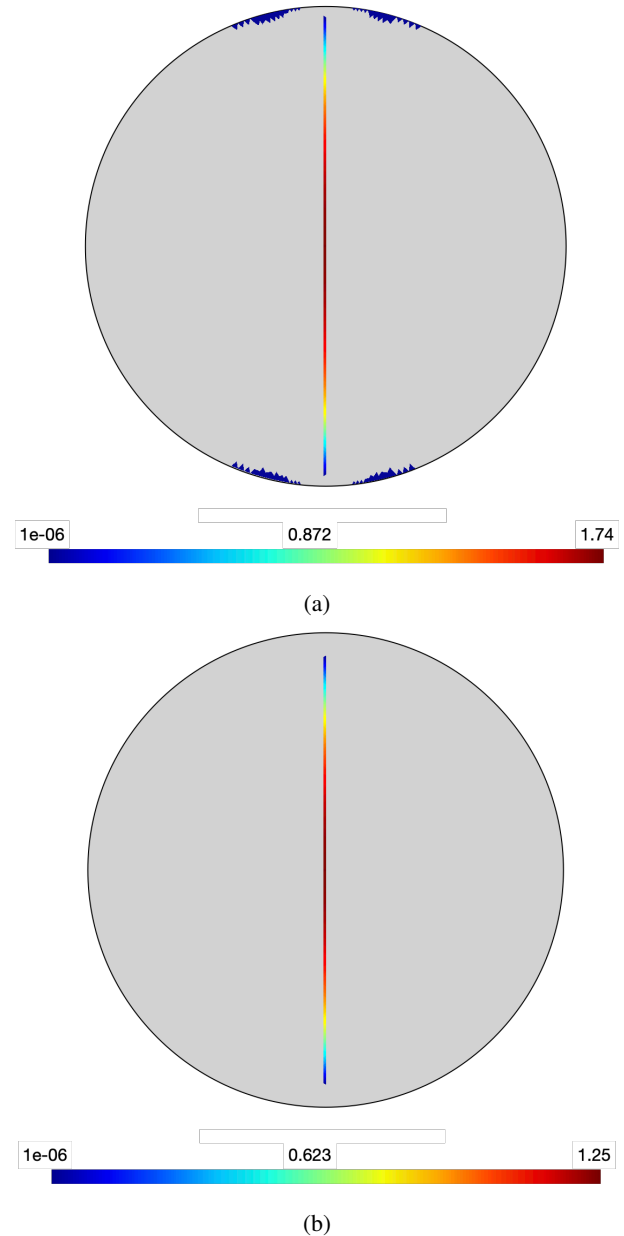


Figure 4. Final crack pattern in the simulation with linear softening (a) and in the simulation with bilinear softening and $\gamma = 0.7$ (b).

with plastic and then taken out of the molds and kept submerged into water in a temperature-controlled chamber at 20°C until testing time.

From each batch, three cylinders 100 mm in diameter and 200 mm in length were fabricated. Other specimens were casted as well, which are out of the scope of this work.

3.2 Brazilian tests

Brazilian tests or diagonal compression tests were carried out according to the ASTM C496 standard [11]. Additional recommendations from Rocco et al [2, 3] were followed, consisting in narrowing the width of the load-bearing strips to 4% to 8% of the specimen diameter and limiting the loading rate to 500–1000 kPa/min. With those, the strength calculated from the indirect test approaches the tensile strength of the material in the case of ordinary concrete [2, 3]. In this work, wood strips with a width of 6 mm were used and a loading rate of 500 kPa/min was applied.

Prior to the tests, the bases of the cylinders were ground in order to ensure perpendicularity to the axis of the cylinder.

The tests were run under load control in a servo-hydraulic machine until splitting of the specimens, except for one specimen of Concrete B which was run under displacement control. During the tests, the load and the position of the piston were recorded. In addition, the crack width was measured at the two bases of the cylinders by using clip-on-gage extensometers with a gauge length of 12 mm and a range of measurement of +4 mm. Extensions were used to place the extensometer in order to capture the crack in case it develops out of the plane of symmetry, with a nominal separation of 70 mm. Figure 5 shows a picture of the tests. In the case of the concrete without fibers, a centering device was used to place the specimen and to apply the load, as shown in the figure. In the case of the fiber-reinforced concrete, the specimen was placed directly between two hardened steel plates, due to the high load applied during the test.

4 RESULTS OF THE EXPERIMENTS

Figure 6 presents the curves of load versus vertical displacement of the piston for the two types of concrete. The blue curves marked with circles correspond to the results of Concrete A (UHPC) and the red curves marked with squares to those of Concrete B (UHPFRC). One of the specimens of Concrete B had to be discarded due to an error during execution of the test. In the case of the test which was run under displacement control, the results are displayed up to peak load.

Note that dimensionless curves are displayed in the ordinate axis, as the load is divided by the maximum load. Note as well that the curves do not start at 0, as a pre-load was applied before executing the test. In all the cases

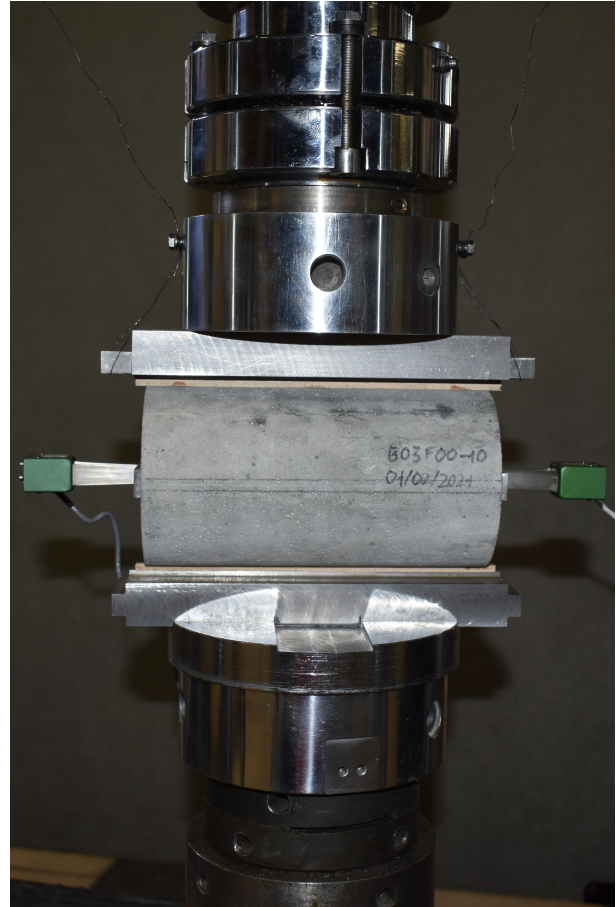


Figure 5. Brazilian tests of UHPFRC. Example of a specimen with a centering device.

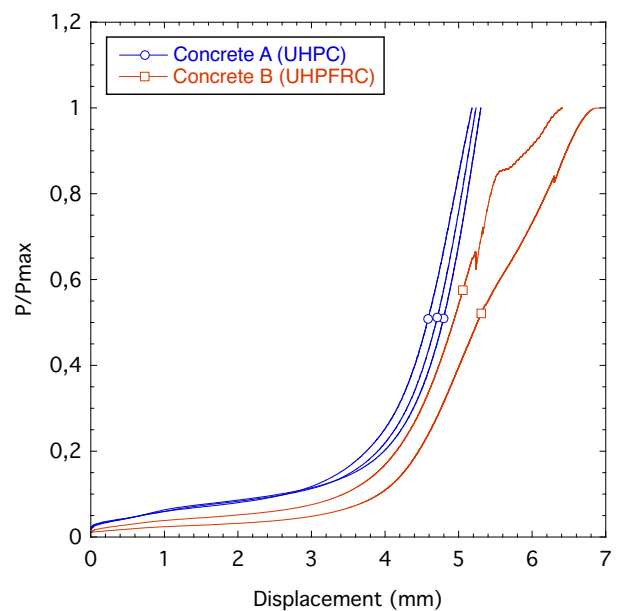


Figure 6. Experimental curves of load versus vertical displacement.

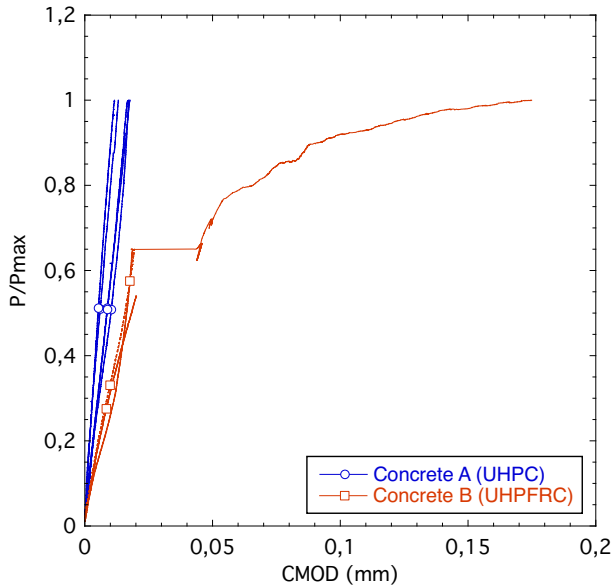


Figure 7. Experimental curves of load versus CMOD (crack width measured with the extensometer).

there is a marked change in the slope of the curve at approximately 3 mm, due to the compaction of the bearing bands. It should be considered that the measurement is affected as well by the deformation of the devices.

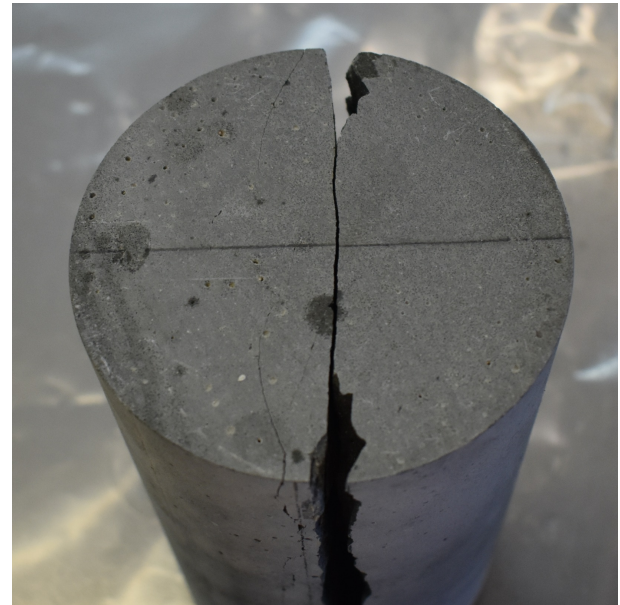
After compaction of the bands, the slope of the curves in the case of UHPC increases until failure, leading to unstable splitting of the specimens.

In the case of the UHPFRC, there is an increase in the slope of the curves, but then there is a break which occurs after reaching the load of failure of the UHPC and may indicate pull-out of the fibers. Moreover, splitting occurs progressively and in a controlled manner, as assessed with the test run under displacement control.

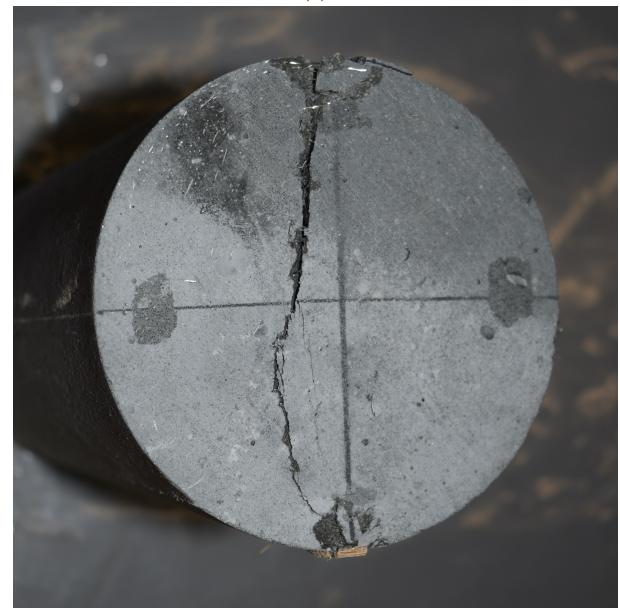
Figure 7 displays the curves of load versus CMOD measured with the extensometers. As in the previous figure, the blue curves with circles correspond to Concrete A and the red ones with squares to Concrete B. Unfortunately the extensometers occasionally unclamped, with the corresponding loose in the record of crack width.

The curves of the UHPC are almost linear until failure, with a maximum opening less than 18 μm . In the case of the UHPFRC, the curves are almost linear up to the peak load of the specimens without reinforcement. After that, non-linear growth seems to occur, but there is not information enough to reach definitive conclusions, as most of the extensometers unclamped with development of the cracks. Significant growth of a crack was recorded in the case of the test run under displacement control, in which one of the extensometers was operative until the end of the test.

Finally, Fig. 8 includes two examples of the crack pattern at the end of the test for a specimen without fibers and for another with fiber reinforcement. In both cases a



(a)



(b)

Figure 8. Experimental crack pattern for a specimen without fibers (a) and a specimen with fibers (b).

main crack developed near to the plane of symmetry of the test, but other secondary cracks are detected which may develop after appearance of the first peak.

5 CONCLUSIONS

From the results described in the previous sections, the following conclusions can be drawn:

1. Contribution of the crack-bridging effect of the fibers can lead to a second peak of load in the Brazilian test, as assessed in the numerical simulations of this work. The hardening branch is greater as the fracture energy of the material increases, taking as a common reference the dimensionless maximum peak.
2. In the case of ultra-high performance concrete without fibers, the Brazilian test provides an adequate means to determine the tensile strength. Further work will be carried out to obtain stable splitting of the specimens.
3. In the case of ultra-high performance fiber-reinforced concrete, there are promising results to identify the first peak of the test, as a soft break has been detected in the curves of load versus displacement at a load near to the peak load of the specimens without reinforcement. However further work is necessary in order to assess that, as the measurement of crack width could not be completed in a sufficient number of specimens during these tests.

ACKNOWLEDGEMENTS

The authors gratefully acknowledge the *Ministerio de Ciencia, Innovación y Universidades* (MCIU), *Agencia Estatal de Investigación* (AEI) and *Fondo Europeo de Desarrollo Regional* (FEDER) for providing financial support for this work under grant PGC2018-097116-A-I00.

The authors also acknowledge the company *LafargeHolcim, Ductal* for providing the material used to fabricate the specimens of this work.

REFERENCES

- [1] D-Y. Yoo and Y-S. Yoon. A review on structural behavior, design, and application of ultra-high-performance fiber-reinforced concrete. *International Journal of Concrete Structures and Materials*, **10**(2), 125–142, 2016.
- [2] C. Rocco, G. V. Guinea, J. Planas, and M. Elices. Mechanisms of rupture in splitting test. *ACI Materials Journal*, **96**(1), 52–60, 1999.
- [3] C. Rocco, G. V. Guinea, J. Planas, and M. Elices. Size effect and boundary conditions in the brazilian test: Experimental verification. *Materials and Structures*, **32**(3), 210–217, 1999.
- [4] A.M.T. Hassan, S.W. Jones, and G.H. Mahmud. Experimental test methods to determine the uniaxial tensile and compressive behaviour of ultra high performance fibre reinforced concrete (uhpfr). *Construction and Building Materials*, **37**, 874 – 882, 2012. Non Destructive Techniques for Assessment of Concrete.
- [5] R.D. Toledo Filho, E.A.B. Koenders, S. Formagini, and E.M.R. Fairbairn. Performance assessment of ultra high performance fiber reinforced cementitious composites in view of sustainability. *Materials & Design (1980-2015)*, **36**, 880–888, 2012. Sustainable Materials, Design and Applications.
- [6] A. Hillerborg, M. Modéer, and P.-E. Petersson. 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.
- [7] J. M. Sancho, J. Planas, D. A. Cendón, E. Reyes, and J. C. Gálvez. An embedded crack model for finite element analysis of concrete fracture. *Engineering Fracture Mechanics*, **74**(1-2), 75–86, 2007.
- [8] J.M. Sancho, J. Planas, A M. Fathy, J C. Gálvez, and D.A. Cendón. Three-dimensional simulation of concrete fracture using embedded crack elements without enforcing crack path continuity. *International Journal for Numerical and Analytical Methods in Geomechanics*, **31**(2), 173–187, 2007.
- [9] J. Planas, B. Sanz, and J.M. Sancho. Vectorial stress-separation laws for cohesive cracking: in concrete and other quasibrittle materials. *International Journal of Fracture*, **223**(77–92), 2020.
- [10] C. Geuzaine and J.-F. Remacle. Gmsh: A 3-d finite element mesh generator with built-in pre- and post-processing facilities. *International Journal for Numerical Methods in Engineering*, **79**(11), 1309–1331, 2009.
- [11] *ASTM C496-90, Standard Test Method for Splitting Tensile Strength of Cylindrical Concrete Specimens*. ASTM International, West Conshohocken, PA, 1990.

FRACTURA DE MATERIALES METÁLICOS

CARACTERIZACIÓN EN FRACTURA DE ACEROS DE VASIJAS MEDIANTE PROBETAS MINI-CT Y SMALL PUNCH. PRIMEROS PASOS DEL PROYECTO EUROPEO FRACTESUS

B. Arroyo^{1,*}, S. Cicero¹, M. Lambrecht², H. Swan³, P. Arffman⁴, E. Altstadt⁵, T. Petit⁶, F. Obermeier⁷,

^{1,*} Universidad de Cantabria, LADICIM, Depto. de Ciencia e Ingeniería del Terreno y de los Materiales, Escuela Técnica Superior de Ingenieros de Caminos, Canales y Puertos, Ayda. de los Castros 44, 39005, Santander, España

² Studiecentrum voor Kernenergie /Centre d'Étude de l'Énergie Nucléaire- SCK CEN, Bélgica

³ National Nuclear Laboratory Limited-NNL, Reino Unido

⁴ Teknologian tutkimuskeskus VTT Oy, Finlandia

⁵ Helmholtz-Zentrum Dresden-Rossendorf eV, HZDR, Alemania

⁶ Université Paris-Saclay, CEA, Service d'Étude des Matériaux Irradiés, Francia

⁷ Framatome GmbH, Alemania

RESUMEN

El presente trabajo pretende dar difusión al proyecto europeo FRACTESUS, que se desarrollará entre 2020 y 2024 con la colaboración de 22 socios de dentro y fuera de Europa. Se encuadra en el Euratom work programme 2019-2020 (H2020), en busca de una energía sostenible y una economía neutral con el clima en 2050, donde la integridad estructural de los materiales empleados en la industria nuclear es esencial.

El uso de probetas miniatura es imprescindible para poder cumplir con las directivas de seguridad nucleares en la caracterización de materiales de vasija (RPV), ya sea por la irradiación o la escasez de los mismos. Pese a que su empleo para la determinación de las propiedades en fractura de forma fiable ha sido probado, aún queda un largo camino para conseguir su aprobación por los organismos reguladores europeos.

El objetivo de FRACTESUS es determinar el comportamiento en fractura de aceros RPV, tanto irradiados como no irradiados, en base a ensayos sobre probetas 0.16T C(T) (mini-CT), y probetas Small Punch, empleando la Curva Patrón para su análisis, y comparándolos con ensayos de fractura normalizados. El fin último será sentar las bases para la inclusión de estas técnicas miniatura por los organismos reguladores europeos.

PALABRAS CLAVE: Fractura, Mini-CT, Small Punch, FRACTESUS

ABSTRACT

This work aims to disseminate the European project FRACTESUS, which will be developed between 2020 and 2024 with the collaboration of 22 partners, European and non-European. It is part of the Euratom work programme 2019-2020 (H2020), in search of sustainable energy and a climate-neutral economy by 2050, where the structural integrity of the materials used in the nuclear industry is essential.

The use of miniature specimens is imperative to comply with nuclear safety directives in the characterization of reactor pressure vessel (RPV) steels, either by irradiation or shortage. Although its reliability for fracture properties determination has been proved, there is still a long way to go to get its approval by the European regulatory bodies.

The objective of FRACTESUS is to determine the fracture behaviour of RPV steels, both irradiated and non-irradiated, based on 0.16T C(T) (mini-CT) specimens and Small Punch tests, together with their analysis by means of the Master Curve, and its comparison with standardized fracture tests. The ultimate goal will be to lay the groundwork for the inclusion of these miniature techniques by European regulatory bodies.

KEYWORDS: Fracture, Mini-CT, Small Punch, FRACTESUS

INTRODUCCIÓN

El proyecto FRACTESUS [1] fue presentado para su evaluación en septiembre de 2019 en el Programa de Trabajo de EURATOM 2019-2020, sección NFRP-04: Innovación para reactores de Generación II y III.

FRACTESUS fue evaluado positivamente y posteriormente se llevó a cabo la preparación del acuerdo de subvención, Gran Agreement (GA) [2], a partir de febrero de 2020. El proyecto finalmente comenzó de oficialmente mediante la reunión inicial (kick-off meeting) en octubre de 2020 y con una duración de 48

meses. El marco del proyecto en el programa general H2020 tiene el objetivo de mejorar continuamente la seguridad nuclear, así como la seguridad y protección radiológica, contribuyendo notablemente a la descarbonización a largo plazo del sistema energético de una manera segura, eficiente y asegurada. FRACTESUS sigue también la línea de las tres prioridades de H2020, que son: "Ciencia excelente" ("Excellent Science"), "Liderazgo industrial" ("Industrial Leadership") y "Desafíos sociales" ("Societal Challenges").

El interés de este proyecto nace del hecho de que la mayoría de las centrales nucleares en funcionamiento en Europa se encuentran en la segunda mitad de su vida operativa, y deben cumplir con mayores niveles de seguridad tal como se define en la Directiva de seguridad nuclear. En la mayoría de los manuales sobre gestión del envejecimiento de las centrales nucleares, el envejecimiento de la vasija ocupa el primer lugar en la lista de problemas de seguridad por las siguientes razones [3]:

- La vasija es la principal barrera contra la liberación de material radiactivo al medio ambiente.
- El fallo de la vasija en escenarios normales y de accidente está excluida por diseño.
- La vasija no se puede reemplazar.
- La vasija sufre endurecimiento y degradación de la tenacidad como resultado del envejecimiento térmico y la exposición a la radiación.

La degradación de la vasija ha sido reconocida como un área de estudio esencial desde el comienzo del Programa Nuclear. En consecuencia, se pusieron en marcha programas de vigilancia para controlar la fragilización del material debido a la irradiación, por lo general utilizando muestras Charpy o de tamaño equivalente ($10 \times 10 \times 55 \text{ mm}^3$) fabricadas con materiales representativos para ser irradiados en condiciones realistas en cápsulas de vigilancia. Aunque las pruebas de impacto Charpy no pueden proporcionar una medición directa de la tenacidad a la fractura, la tecnología Charpy se eligió originalmente debido a las limitaciones de espacio y al conocimiento de la mecánica de la fractura de que se disponía en la década de 1960. Con las prórrogas de vida de las centrales nucleares más allá de los 40 años para los que inicialmente se introdujo material en las cápsulas de vigilancia, muchas de ellas están prácticamente agotadas, y muchos reactores no tienen más material de vigilancia dentro del reactor, o ya bien carecen de material de archivo para ampliar sus programas de vigilancia y, por lo tanto, no tienen capacidad para llevar a cabo los ensayos de vigilancia adecuados para respaldar el funcionamiento a largo plazo. En vista de ello, algunos trabajos recientes propusieron como alternativa el uso de probetas reconstruidas [4], en base a injertar mediante soldadura mitades de probetas Charpy ya ensayadas en la zona de

avance de grieta de probetas de mecánica de la fractura convencional, con las peculiaridades que ello conlleva.

Por otra parte, debido a la caracterización mejorada y las técnicas no destructivas, se ha identificado la presencia de heterogeneidad local de material y pequeños defectos en grandes piezas forjadas como la cabeza del reactor, la vasija del reactor, los generadores de vapor o el presurizador. Tales problemas han generado grandes preocupaciones para los operadores y los organismos reguladores, lo que ha provocado interrupciones muy prolongadas de las centrales nucleares existentes o retrasos graves en la construcción de nuevas centrales nucleares [5,6]. Para abordar el problema de las propiedades locales de los materiales, es esencial el uso de muestras aceptadas de tamaño pequeño [7-9].

En este contexto, el consorcio FRACTESUS propone un enfoque innovador que utiliza probetas miniatura para medir directamente la tenacidad a la fractura. La probeta adoptada como referencia es la Mini C(T), o "miniature Compact Tension specimen" ($10 \times 10 \times 4 \text{ mm}^3$), que con un espesor de tan sólo 4mm permite mecanizar hasta ocho muestras a partir de una sola probeta Charpy rota tras su ensayo. Además, como herramienta de evaluación se emplea la Curva Patrón (Master Curve) [10]. Aunque la geometría principal del proyecto FRACTESUS es la probeta Mini-C(T), algunas de sus actividades contemplan también el uso de otras geometrías miniatura (Figura 1), como es el caso de probetas Small Punch modificadas mediante una entalla lateral pasante (orientación de la fractura), que ya han sido empleadas en el pasado para la determinación de la tenacidad a fractura [11] y de la temperatura de transición en base a la aplicación de la curva patrón [12,13]. Esta geometría de probeta de dimensiones aún más reducidas que las Mini-C(T) ($10 \times 10 \times 0,5 \text{ mm}^3$), con un espesor de 0,5mm permite mecanizar más de 35 muestras a partir de una sola probeta Charpy rota tras su ensayo.

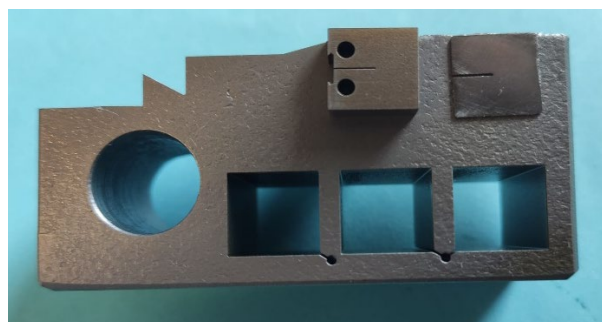


Figura 1. Probetas Mini-C(T) (izda) y Small Punch (dcha) obtenidas a partir de una probeta C(T) convencional de 20mm de espesor.

De este modo, el proyecto permitirá una completa comparación de las dos citadas técnicas miniatura, junto con ensayos de fractura normalizados, pudiendo así sentar las bases para la inclusión de estas técnicas miniatura por los organismos reguladores europeos. Este

enfoque de caracterización miniaturizada está diseñado para aumentar el nivel de seguridad [14-16], y reducir las incertidumbres, de manera significativa a través de:

- La evaluación directa de la tenacidad a la fractura en lugar de un enfoque semi-empírico basado en mediciones de Charpy.
- Incrementar significativamente la base de datos de vigilancia, proporcionando una mayor confianza en los datos.
- Caracterización de las propiedades locales del material en caso de falta de homogeneidad del material.

El funcionamiento a largo plazo de una central nuclear sólo es posible si puede ser apoyado por programas de vigilancia ampliados. El desarrollo de tales programas incorpora muestras de Charpy previamente irradiadas y rotas en las cápsulas de vigilancia, que son empleadas para analizar la fragilización de la vasija utilizando probetas Mini-C(T). La extensión de operación de una central nuclear permite la retención de un suministro de energía seguro mientras se mantienen bajas emisiones de carbono, por ello este enfoque innovador también aborda los requisitos de descarbonización, seguridad del suministro de energía y mayor competitividad de la energía nuclear europea.

Dicho esto, el proyecto FRACTESUS también beneficiará a Gen III + y a los futuros sistemas nucleares. Los materiales estructurales de los futuros sistemas nucleares y, en particular, los de Gen IV y los sistemas de fusión, deberán hacer frente a duras condiciones de irradiación. Los programas de calificación suponen una limitación importante en el despliegue de nuevos materiales y tecnologías. Estos programas de calificación deben realizarse en máquinas de irradiación dedicadas (reactores de prueba de materiales o dispositivos de irradiación basados en aceleradores, por ejemplo, MINERVA, MYRRHA, DONES) y ser completamente representativos de las condiciones operativas definidas. El espacio de irradiación en estos dispositivos es generalmente limitado, por lo que los programas de calificación pueden también beneficiarse del proyecto FRACTESUS.

Los siguientes apartados describen el enfoque del proyecto, extrayendo parte del contenido de la propuesta de proyecto original [1], del grant agreement [2], de los documentos públicos [17-19] y de las publicaciones [20, 21] que se han ido generando durante los primeros seis meses de vida del proyecto.

MATERIALES Y MÉTODOS

22 organizaciones de Europa (19), Japón (1), USA (1) y Canadá (1) participan en FRACTESUS, como se presenta en la Tabla 1. Para estructurar el proyecto, el trabajo se desglosa en paquetes de trabajo “Work

Packages” (WP). La metodología descrita en el presente trabajo también sigue esta estructura en WP (Figura 2).

Tabla 1. Lista de participantes del proyecto FRACTESUS.

Participante	Acrónimo	País
1	SCK CEN	Bélgica
2	NRI	República Checa
3	VTT	Finlandia
4	CEA	Francia
5	IRSN	Francia
6	FRA-G	Alemania
7	HZDR	Alemania
8	KIT	Alemania
9	BZN	Hungría
10	MTA EK	Hungría
11	KTU	Lituania
12	NRG	Holanda
13	STUBA	Eslovaquia
14	CIEMAT	España
15	UC	España
16	PSI	Suiza
17	NNL	Reino Unido
18	UoB	Reino Unido
19	CCFE	Reino Unido
20	CRIEPI	Japón
21	ORNL	Estados Unidos
22	CNL	Canadá

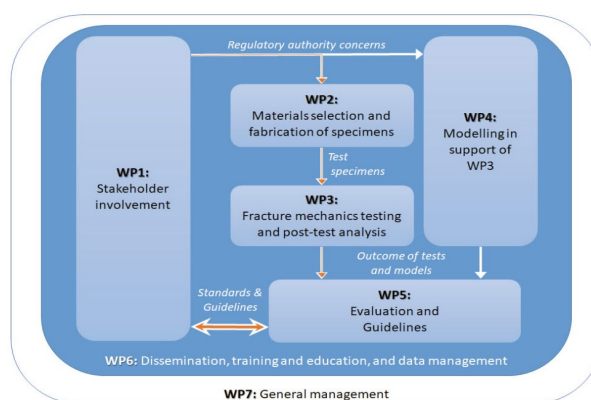


Figura 2. Organización del Proyecto FRACTESUS, con los diferentes WP involucrados.

Para garantizar un resultado valioso del proyecto, se pretende hacer un esfuerzo continuo para abordar la preocupación de las partes interesadas involucrando regularmente a los organismos reguladores, los comités de código y estandarización, el Grupo de Usuarios

Finales y el Comité Asesor Científico (ver más abajo para obtener detalles). Esta actividad encaja en WP1, que está liderado por NNL.

VTT lidera el WP2, que está a cargo de la selección de materiales y desarrollo de la matriz de ensayos [21]. Aceros de vasija irradiados y no irradiados han sido cuidadosamente seleccionados priorizando:

- Material bien caracterizado en condiciones de referencia e irradiado (normalmente más de 400 datos disponibles).
- Datos abiertos disponibles,
- Sensibilidad significativa a la irradiación y disponibilidad de material.

La coordinación de los trabajos de ensayo se está desarrollando dentro del marco del WP3, liderado por HZDR. Consisten en ensayos de mecánica de la fractura en la zona de transición empleando probetas 0.16C(T), o Mini-C(T), en los aceros RPV irradiados y no irradiados a diferentes temperaturas seleccionados por el WP2 y sus análisis fractográficos; la Figura 3, extraída del protocolo de ensayo [17] preparado por el WP6, muestra el montaje de ensayos propuesto. Asimismo, el WP3 coordina también otras técnicas de ensayos miniatura, principalmente las citadas Small Punch, o ensayos de microdureza con detección de profundidad entre otras actividades.

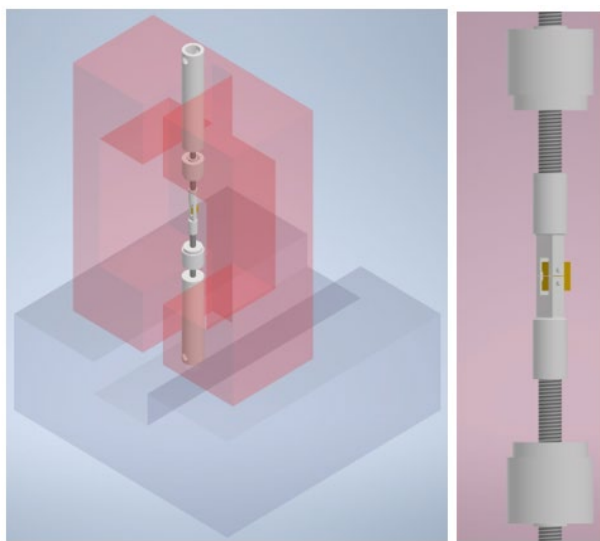


Figura 3. Montaje para ensayos de probetas Mini-C(T) a diferentes temperaturas [17].

El mecanizado (a cargo del WP2) y los ensayos (coordinados por el WP3) del material irradiado están siendo compartidos por diferentes laboratorios para repartir su impacto económico y evaluar la repetitividad y reproducibilidad. La geometría de probeta (Figura 4), ha sido consensuada y recogida en el entregable sobre el protocolo de ensayo [17, 22], desarrollado dentro del WP6, siendo evaluada cuidadosamente cualquier modificación que pudiera producirse.

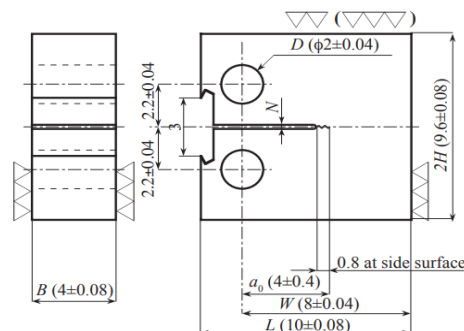


Figura 4. Geometría de probeta Mini-C(T), 0.16T, propuesta para el proyecto [17, 22].

La actividad de modelado (WP4) se realizará como apoyo a los ensayos, y es liderada por CEA. También será de gran interés abordar las limitaciones actuales en el código y los estándares cuando se trata de muestras pequeñas. Los datos experimentales racionalizados respaldados por la actividad de modelado se utilizarán en el diálogo con los comités de códigos y estándares para implementar cambios que facilitarán el uso de muestras pequeñas, mientras se mantienen o mejoran los niveles de confianza en los resultados. Esta última actividad pertenece al WP5 y está liderada por FRA-G.

Siempre hay que tener en cuenta que el proyecto solo es posible gracias al contribuyente de la UE y, por lo tanto, es necesario maximizar el beneficio del proyecto para toda Europa. En este sentido, el proyecto está planificando las actividades de comunicación y difusión (WP6, liderado por la Universidad de Cantabria) para llegar al público en general mediante la difusión en acceso abierto. Las actividades de formación y educación se anunciarán mucho más allá de la comunidad del proyecto gracias a una red bien establecida. Teniendo en cuenta el inicio de la era digital con big data, inteligencia artificial y acceso descentralizado a la información, el proyecto emplea un plan de gestión de datos [18], tal como se recoge en el procedimiento de publicación en acceso abierto [19], que garantiza los principios FAIR (“Findable, Accesible, Interoperable, Reproducible”) que marca la Unión Europea. Todo ello con el objetivo de maximizar los datos de investigación abiertos y garantizar su sostenibilidad mucho más allá del final del proyecto, para que permanezcan localizables, accesibles, interoperables y reutilizables independientemente del repositorio empleado. Además de ello, el WP6 será el encargado, junto al WP1 y el WP7 (gestión general) de la gestión de los datos experimentales generados durante el proyecto, así como la exposición pública de los mismos y de las publicaciones generadas en repositorios abiertos. Para ello, así como para su custodia más allá del fin del proyecto, el WP6 redactó en marzo de 2021 una primera versión del plan de gestión de datos que regula todo ello, “Data Management Plan” (DMP), que tendrá revisiones anuales, tal como marca el programa H2020.

Finalmente, la gestión global del proyecto está liderada por SCK CEN, a través de WP7. El proyecto cuenta,

además, con tres entidades transversales: el Grupo de Usuario Final, el Comité Asesor Científico y el Comité de Normalización. El Grupo de Usuario Final está compuesto por personal que trabaja en una empresa con interés en el programa FRACTESUS, pero que no forma parte del consorcio FRACTESUS. Estas personas actuarán como punto de contacto para su empresa y proporcionarán comentarios sobre los resultados de FRACTESUS. La lista de empresas en las que trabajan sus miembros es: EDF SA (Francia), Westinghouse (EE. UU.), EDF Energy (Reino Unido), PAKS Nuclear Power Plant (Hungría), Tractebel (ENGIE) (Bélgica), Ringhals AB -Vattenfall (Suecia) y Rolls-Royce (Reino Unido).

El Comité Asesor Científico está compuesto por expertos en la materia, que actúan con independencia de su empresa. Su membresía es nombrada (es decir, no pueden ser reemplazados por otro empleado en su empresa). Ellos serán responsables de revisar el plan FRACTESUS, revisar los resultados del programa y brindar asesoramiento al grupo. Los miembros del CAC son consultores independientes o empleados de las siguientes organizaciones: PEAI Consulting (EE. UU.), ATI Consulting (EE. UU.), Ringhals AB-Vattenfalls (Suecia) y la Inspección Federal de Seguridad Nuclear de Suiza (Suiza). Finalmente, el Comité de Normalización está compuesto por miembros del consorcio FRACTESUS que también tienen alguna participación externa en comités de normas como ASTM e ISO. Participarán en el trabajo inicial del WP1 en el que se describen los estándares actuales e identificando cualquier deficiencia de esos estándares en relación con las pruebas de resistencia a la fractura de muestras pequeñas. Además, el STC será responsable de asesorar a los comités de ASTM / ISO sobre la mejor manera de implementar los resultados de FRACTESUS en las normas actuales, siguiendo los resultados de FRACTESUS y, en particular, WP5: Evaluación y directrices.

RESULTADOS

El proyecto FRACTESUS demostrará la fiabilidad del empleo de muestras miniatura, concretamente Mini-C(T), para medir la resistencia a la fractura de materiales estructurales (particularmente nucleares). Además, confrontará los resultados con los aportados por la técnica Small Punch mediante el empleo de probetas dotadas de entalla lateral pasante, posicionándola como una alternativa viable. Esto permitirá que la industria nuclear europea opere en condiciones más seguras y eficientes, especialmente en el caso de los reactores de generación II en funcionamiento (en relación con cuestiones de LTO) y futuros reactores de GEN III (tanto en las etapas de diseño como de operación). Además, una vez demostrado lo anterior, los organismos reguladores y de normalización también podrán incorporar esta innovación en los reglamentos, normas y procedimientos nucleares.

El alto nivel de conocimiento desarrollado durante el proyecto tiene otro impacto final importante, la generación de una comunidad científica experta en la

caracterización en mecánica de la fractura altamente capacitada, que proporcionará experiencia en el campo a la industria nuclear europea, y liderará el tema a nivel internacional. FRACTESUS también generará una importante base de datos de comportamiento en fractura de alta calidad, según indicado por el DMP [18] que será FAIR y de Acceso Abierto. Los principales resultados del proyecto (correspondientes a parte de los entregables) se muestran en la Tabla 2.

Tabla 2. Algunos resultados del proyecto de acuerdo con la lista de entregables de FRACTESUS.

Resultado	Entr.	WP
Estado del arte sobre probetas miniatura y su ensayo.	D.1.1	1
Estimación de propiedades mecánicas en base a otros ensayos miniatura.	D.3.2	3
Cualificación del ensayo de 0.16T C(T) en material irradiado ya caracterizado.	D.3.3	3
Simulación por EF para comparar 0.16T CT(T) y C(T).	D.4.1	4
Comparación de resultados de tenacidad con probetas estándar y miniatura.	D.5.4	5
Orientaciones para el ensayo con Mini-C(T) en base a la Curva Patrón.	D.5.7	5
Sesiones especiales sobre FRACTESUS y conferencias internacionales.	D.6.4 D.6.6	6
Seminario sobre el proyecto FRACTESUS	D.6.5	6

CONCLUSIONES

Las probetas miniatura ofrecen una amplia gama de posibilidades y ventajas para la caracterización en fractura de aceros de vasija. Algunas de ellas son la multiplicación de datos experimentales, la (re)utilización y posterior valorización de probetas ya ensayadas (Charpy, principalmente), la reducción del volumen de material irradiante en futuros programas de vigilancia, y la posibilidad de medir la tenacidad local para detectar heterogeneidades y/o gradientes de tenacidad (por ejemplo en soldaduras), entre otros. A pesar de su gran potencial para la caracterización en fractura, el uso de probetas miniatura, y en particular Mini-C(T) y Small Punch, encuentra una serie de obstáculos para su aceptación por parte de los organismos reguladores nacionales e internacionales como herramienta de evaluación y diseño de componentes estructurales en centrales nucleares.

Con el objetivo de demostrar las capacidades y la solidez de estas técnicas de caracterización, el proyecto FRACTESUS, ha comenzado en octubre de 2020, y se extenderá durante los siguientes 48 meses. El objetivo de este proyecto es unir los esfuerzos europeos e internacionales para establecer las bases de la validación de probetas miniatura para la obtención de la tenacidad a la fractura, pudiendo ello permitir en última instancia los cambios en los códigos y normativas necesarios para

abordar las diversas preocupaciones de las autoridades reguladoras nacionales. FRACTESUS está involucrando a los organismos reguladores, los comités de estandarización, la industria y la comunidad internacional desde una etapa muy temprana, para que el consorcio de 22 socios europeos e internacionales pueda optimizar todos los recursos y la experiencia disponibles.

AGRADECIMIENTOS

Los autores desean agradecer la financiación prestada al programa Euratom 2020-2024, Grant Agreement N° 900014. También a los socios del proyecto FRACTESUS.

REFERENCIAS

- [1] M. Lambrecht. Fracture mechanics testing of irradiated RPV steels by means of sub-sized specimens, Proposal Acronym: FRACTESUS, Euratom work programme 2019-2020, Topic Identifier: NFRP-04: Innovation for Generation II and III reactors, Types of Action: Innovation actions (2019).
- [2] Grant Agreement number 9400014 - FRACTESUS, NFRP-2019-2020, 2020.
- [3] V. N. Shah, P.E. MacDonald. Aging and Life Extension of Major Light Water Reactor Components, 1st ed. Elsevier Science, Amsterdam, Netherlands (1993).
- [4] F. de Backer, F. Gutiérrez-Solana. The Effects of the Configuration of a Weld-Reconstituted Compact Tension Specimen on Fracture Toughness Determination", Small Specimen Test Techniques, ASTM SPT 1329, W.R. Corwing, S.T. Rosinski and E. van Walle, Eds., American Society for Testing and Materials (1998).
- [5] ASN. L'ASN présente sa position sur l'anomalie de la cuve du réacteur EPR de Flamanville (2017). <https://www.asn.fr/Informer/Actualites/L-ASN-presente-sa-position-sur-l-anomalie-de-la-cuve-du-reacteur-EPR-de-Flamanville> (consultado 10-05-2020).
- [6] ASN. Anomalie de la concentration en carbone de l'acier: après contrôle, l'ASN a autorisé les réacteurs concernés à redémarrer (2017). <https://www.asn.fr/Informer/Actualites/Anomalie-de-la-concentration-en-carbone-de-l-acier-redemarrage-des-reacteurs> (consultado 10-05-2020).
- [7] ENSI. Assessment of the safety case for the reactor pressure vessel of the Beznau unit 1 nuclear power plant (2018). <https://www.ensi.ch/en/documents/assessment-of-the-safety-case-for-the-reactor-pressure-vessel-of-the-beznau-unit-1-nuclear-power-plant/> (consultado el 10-05-2020).
- [8] R. Gérard, M. De Smet, R. Chaouadi. Materials properties of reactor pressure vessel shells affected by hydrogen flaking. Proceedings of ASME PVP2016-63901. Vancouver, British Columbia, Canada (2016).
- [9] M.P. Manahan, A.S. Argon, O.K. Harling. The Development of a Miniaturized Disk Bend Test for the Determination of Postirradiation Mechanical Properties. Journal of Nuclear Materials 103-104 pp. 1545-1550 (1981).
- [10] ASTM E1921 – 20. Standard Test Method for Determination of Reference Temperature, T₀, for Ferritic Steels in the Transition Range. ASTM International, Subcommittee E08.07 (2020).
- [11] R. Lacalle, J.A. Álvarez, B. Arroyo, F. Gutiérrez-Solana. Methodology for fracture toughness estimation based on the use of Small Punch notched specimens and the CTOD concept. Proceeding 2nd International conference SSTT (2012).
- [12] D. Andres, R. Lacalle, S. Cicero, J.A. Álvarez. Application of the small punch test in combination with the master curve approach for the characterisation of the ductile to brittle transition region. Journal of nuclear materials 518 pp. 409-418 (2019).
- [13] E. Altstadt, F. Bergner, M. Houska. Use of the small punch test for the estimation of ductile-to-brittle transition temperature shift of irradiated steels. Nuclear materials and energy 26, 100918 (2021).
- [14] M. Yamamoto, A. Kimura, K. Onizawa, K. Yoshimoto, T. Ogawa, Y. Mabuchi, H.W. Viehrig, N. Miura, N. Soneda. A round robin program of Master Curve evaluation using miniature C(T) specimens - 3rd report: Comparison of T₀ under various selections of temperature conditions, Proceedings of ASME PVP2014-28898, Anaheim, California, USA, (2014).
- [15] R. Chaouadi, E. van Walle, M. Scibetta, R. Gérard. On the use of miniaturized CT specimens for fracture toughness characterization of RPV materials. Proceedings of ASME PVP2016-63607, Vancouver, British Columbia, Canada (2016).
- [16] W. Server, M. Sokolov, M. Yamamoto, R. Carter. Inter-Laboratory Results and Analyses of Mini-C(T) Specimen Testing of an Irradiated Linde 80 Weld Metal, Proceedings of ASME PVP2018-84950 (2018).
- [17] S. Cicero, B. Arroyo, G. Díaz. Testing protocols and reporting formats. FRACTESUS Consortium (grant number 900014), Deliverable D6.9, WP6, UC/PR N°15 (2021).
- [18] S. Cicero, B. Arroyo, S. Arrieta. Data Management Plan (DMP) – 1st version. FRACTESUS Consortium (grant number 900014), Deliverable D6.8, WP6, UC/PR N°15 (2021).
- [19] B. Arroyo, S. Cicero, M. Sánchez, G. Díaz. How to publish in FRACTESUS project - Open Access Procedure. FRACTESUS Consortium (grant number 900014), Work package leader report, WP6, UC/PR N°15 (2020).
- [20] S. Cicero, M. Lambrecht, H. Swan, P. Arffman, E. Altstadt, T. Petit, F. Obermeier, B. Arroyo, J.A. Álvarez, R. Lacalle. Fracture mechanics testing of irradiated RPV steels by means of sub-sized specimens: FRACTESUS project. Procedia Structural Integrity 28, pp. 61-66 (2020).
- [21] B. Tomasz et. al. Fractesus Project: General Framework of Materials Selection and Testing Processes. Proceedings of the ASME 2021 Pressure Vessels and Piping Conference, PVP2021-61906 (2021).
- [22] M. Yamamoto, K. Onizawa, K. Yoshimoto, T. Ogawa, Y. Mabuchi, N. Miura. A round robin program of master curve evaluation using miniature C(T) specimens - 2nd report: fracture toughness comparison in specified loading rate condition. Proceedings of the ASME 2013 Pressure Vessels and Piping Conference, PVP2013-97936 (2013).

EFFECTOS DEL HIDRÓGENO EN LA TENACIDAD A FRACTURA Y FATIGA DE ACEROS ESTRUCTURALES PARA SU USO EN CONTACTO CON HIDRÓGENO A PRESIÓN

L.B.Peral, C.Rodríguez, I.Fernández-Pariente, J.Belzunce

Escuela Politécnica de Ingeniería de Gijón (Universidad de Oviedo), campus universitario, 33203 Gijón, España

RESUMEN

La susceptibilidad a la fractura asistida por hidrógeno de los grados de acero Cr-Mo-V templados y revenidos ha sido evaluada mediante ensayos realizados al aire después de precargar las muestras con hidrógeno. Se utilizó una metodología mediante la cual las distintas probetas se precargaron en un reactor de hidrógeno a 195 bares y 450°C durante un tiempo de 21 horas. Para analizar la interacción entre el hidrógeno y la microestructura de los aceros se utilizó un analizador de hidrógeno LECO DH603. A este respecto, se ha determinado el contenido de hidrógeno introducido en los aceros, se ha analizado la desorción de hidrógeno a temperatura ambiente y se han determinado las energías de activación del hidrógeno desde las singularidades microestructurales (trampas). Para completar el análisis, se realizaron ensayos electroquímicos de permeación de hidrógeno con el objetivo de determinar el coeficiente de difusión. En segundo lugar, para evaluar el comportamiento mecánico en presencia de hidrógeno interno, se emplearon probetas compactas para la medida de la tenacidad a la fractura y para la determinación de la velocidad de crecimiento de grieta por fatiga. En base a los resultados obtenidos, se ha puesto en evidencia el positivo efecto que ejercen los carburos nanométricos de vanadio-molibdeno como trampas fuertes para retener el hidrógeno. Este hecho ha permitido justificar la menor disminución de la tenacidad a fractura observada en el grado de acero aleado con vanadio y por otro lado, la mayor resistencia a la propagación de grieta por fatiga en presencia de hidrógeno interno respecto a la calidad libre de vanadio, donde los efectos del hidrógeno han sido muy notorios, sobretodo, para las frecuencias más bajas utilizadas en los ensayos (0.1Hz).

PALABRAS CLAVE: fragilización por hidrógeno, fractura, fatiga, aceros Cromo-Molibdeno-Vanadio, energía de atrapamiento, permeación electroquímica de hidrógeno.

ABSTRACT

The influence of hydrogen on the mechanical behaviour of different quenched and tempered CrMo steels with or without vanadium were investigated by means of fracture toughness and fatigue crack growth tests. Samples were precharge in a high pressure hydrogen reactor at 195 bar and 450°C for 21 hours. The degradation of the mechanical properties was correlated with the interaction between hydrogen atoms and microstructure. The interaction hydrogen-microstructure was analyzed by means of thermal desorption analysis (TDA). At this respect, a LECO DH603 hydrogen analyser was used to study the activation energies from the different microstructural traps and also to study the hydrogen egression kinetics at room temperature. Additionally, electrochemical hydrogen permeation tests were also used to determine the apparent hydrogen diffusion coefficient in the studied steel grades. According to the obtained results, the presence of vanadium-molybdenum carbides (strong traps for hydrogen) in the V-added steel grade has significantly improved the fracture toughness and fatigue crack propagation performance when hydrogen is present.

KEYWORDS: hydrogen embrittlement, fracture, fatigue, Chromium-Molybdenum-Vanadium steel grades, trapping energies, electrochemical hydrogen permeation technique.

1 INTRODUCCIÓN

El crecimiento global de la población experimentado en los últimos años, ha provocado un fuerte aumento en la demanda energética a nivel mundial. De esta manera, la escasez de combustibles fósiles, gas natural y petróleo, junto con la contaminación procedente del uso de los mismos, hace pensar en la necesidad urgente de encontrar

fuentes de energía alternativas. En este sentido, el hidrógeno se postula como una opción atractiva para un futuro ya inmediato, en el que se prevé que la población mundial crezca hasta los 10.000 millones de personas para el año 2050 [1]. Por tanto, para desarrollar una economía/sociedad basada en el uso del hidrógeno como fuente de energía alternativa es importante contribuir al desarrollo de componentes estructurales capaces de almacenar y distribuir hidrógeno a elevadas presiones de

trabajo, de un modo seguro, fiable y económico. De este modo, la durabilidad, el rendimiento y el funcionamiento económico de los componentes estructurales destinados al transporte y almacenamiento de hidrógeno a alta presión se enfrentan al reto de asegurar un servicio seguro. Los depósitos y tuberías utilizadas para el almacenamiento y distribución de hidrógeno a presión están expuestos a fuertes solicitaciones de carga mecánica que, al actuar simultáneamente con un ambiente rico en hidrógeno, pueden promover el agrietamiento de los aceros utilizados en este tipo de estructuras. Este fenómeno se conoce como Fragilización por Hidrógeno (FPH) y se traduce en muchos casos en la fisuración inesperada de estos componentes [2-5].

En este trabajo se ha estudiado la influencia de la presencia de hidrógeno en la tenacidad a fractura y en la velocidad de crecimiento de grieta por fatiga de aceros CrMo y CrMoV. El mayor o menor grado de fragilización observado en los diferentes ensayos mecánicos, se ha relacionado con el grado de interacción que se produce entre el hidrógeno y las singularidades microestructurales (trampas de hidrógeno) identificadas en estos aceros.

2 PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL

La Tabla 1 muestra la composición química de los grados de acero objeto de estudio. En el caso del acero 2.25Cr1Mo, se llevó a cabo una austenización a 940°C seguido de un temple en agua y se aplicó posteriormente, un revenido a 690°C durante 30 horas. Por otro lado, el acero 2.25Cr1MoV fue austenizado a 925°C, seguido de un temple en agua y se aplicó un revenido final a 650°C durante 2 horas.

Tabla 1. Composición química (% en peso) del acero 2.25Cr1Mo (a) y 2.25Cr1MoV (b).

C	Mn	Si	Cr	Mo
0.14	0.56	0.16	2.23	1.00

(a)

C	Mn	Si	Cr	Mo	V
0.14	0.56	0.16	2.23	1.00	0.30

(b)

La precarga de hidrógeno gaseoso se llevó a cabo en un autoclave disponible en Fundación IDONIAL, Avilés (Asturias). Todas las probetas utilizadas en este trabajo se precargaron en las mismas condiciones: bajo una presión de 195 bares, una temperatura de 450°C y durante un tiempo de 21 horas. Una vez que las probetas fueron extraídas del autoclave, estas fueron introducidas en nitrógeno líquido a -196°C, donde se mantuvieron inmersas hasta la realización de los ensayos correspondientes.

Para conocer el contenido de hidrógeno introducido bajo las ya citadas condiciones de carga, se utilizaron

muestras cilíndricas de 30 mm de longitud y 10 mm de diámetro. El contenido de hidrógeno fue medido en un analizador de hidrógeno LECO DH603. Para ello, las muestras fueron calentadas a 1100°C durante un tiempo de 400 segundos. Además, con objeto de evaluar la desorción de hidrógeno a temperatura ambiente se realizaron también medidas del contenido de hidrógeno tras 24, 48 y 72 horas de exposición de las muestras cilíndricas a temperatura ambiente. Con el objetivo de identificar las singularidades microestructurales donde el hidrógeno puede permanecer atrapado, se determinaron también las energías de activación de las trampas de hidrógeno en base al método propuesto por Kissinger [2]. Para ello, se emplearon diferentes rampas de calentamiento (ϕ_i): 3600, 2400, 1800, 1200 y 800°C/h.

Para completar el análisis de la interacción entre el hidrógeno y la microestructura de los aceros, se llevaron a cabo ensayos de permeación electroquímica de hidrógeno [2, 5]. Para ello, se utilizó una celda de dos compartimentos en base al método propuesto por Devanathan y Stachursky [5]. Se utilizaron muestras de 1 mm de espesor y el área de la probeta expuesta al flujo de hidrógeno fue de 1 cm². En la celda catódica, donde se generó el hidrógeno bajo una densidad de corriente de 1 mA/cm², se utilizó una disolución acuosa con 2 mol/l de H₂SO₄ y 0.25g/l de As₂O₃. Esta disolución posee un pH en torno a 1. Por otro lado, en la celda en la que se detecta la salida del hidrógeno, se utilizó una disolución acuosa con 0.1 mol/l de NaOH con un pH de 12. El cálculo de los parámetros de permeación, coeficiente de difusión aparente, D_{app} , y solubilidad aparente, o concentración subsuperficial de hidrógeno en la cara de entrada, C_{app} , se llevó a cabo según la norma ASTM G148-97 (2018): ‘Standard Practice for Evaluation of Hydrogen Uptake, Permeation, and Transport in Metals by an Electrochemical Technique’.

El estudio experimental se completó mediante la caracterización mecánica en presencia de hidrógeno interno. La caracterización a fractura se realizó empleando probetas compactas, CT, de 48 mm de ancho, 10 mm de espesor, de acuerdo a la norma ASTM E1820 (2015): ‘Standard test method for measurement of fracture toughness’. Estos ensayos se realizaron bajo una velocidad de desplazamiento nominal de 1 mm/min y en el caso de las probetas precargadas con hidrógeno, también se utilizó una velocidad 100 veces más lenta, de 0.01 mm/min.

En cuanto a la medida de la velocidad de crecimiento de grieta por fatiga, también se utilizaron probetas compactas, CT, de 48 mm de ancho y 10 mm de espesor de acuerdo a la norma ASTM E647 (2015): ‘Standard test method for measurement of fatigue crack growth rates’. Se empleó una relación de carga $R=0.1$ y se utilizó una frecuencia nominal de 10 Hz y, en el caso de las probetas precargadas con hidrógeno, se emplearon también frecuencias de 1 y 0.1 Hz.

3 RESULTADOS

3.1 Microestructura y propiedades mecánicas fundamentales

En la Figura 1, se muestran las microestructuras de los aceros 2.25Cr1Mo y 2.25Cr1MoV tomadas con un MEB JEOL-5600 tras los tratamientos térmicos citados con anterioridad. En ambos casos, se observa la precipitación de carburos tanto en las fronteras como en el interior de los granos austeníticos. Se hace notar también la presencia de carburos alineados en las lajas martensíticas. En ambos aceros la microestructura está constituida por martensita revenida.

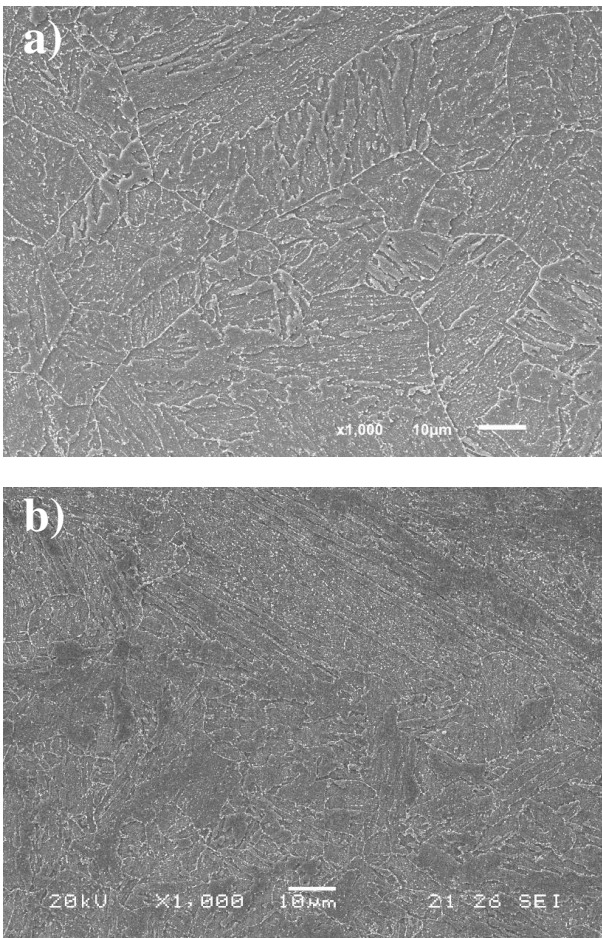


Figura 1. 2.25Cr1Mo (a) y 2.25Cr1MoV (b)

En la Tabla 2 se muestra la dureza Brinell y las propiedades a tracción medidas en ambas calidades de acero.

Tabla 2. Propiedades mecánicas fundamentales.

Acero	HB	σ_y (MPa)	σ_u (MPa)	A (%)
2.25Cr1Mo	170	430	580	27
2.25Cr1MoV	200	567	714	23

3.2 Desorción de hidrógeno y Energías de Activación

En la Tabla 3, se muestra la evolución del contenido de hidrógeno medido mediante el analizador de hidrógeno LECO DH603, tras exponer las muestras cilíndricas a TA durante diferentes tiempos de permanencia.

En la Figura 2, se muestran como ejemplo, los perfiles de desorción de hidrógeno correspondientes al grado de acero 2.25Cr1Mo. A partir de estos perfiles y de los obtenidos en el grado de acero 2.25Cr1MoV [2], se obtuvieron las energía de activación (E_a) para la difusión del hidrógeno desde las singularidades microestructurales de estos aceros (trampas de hidrógeno). Los resultados obtenidos se presentan en la Figura 3 y en la Tabla 4.

Tabla 3. Evolución del contenido de hidrógeno (ppm) en función del tiempo de exposición (horas) de las muestras a TA. H_D : Hidrógeno difusible = $100 \cdot (H_{0h} - H_{72h}) / H_{0h}$

Acero	Tiempo de exposición a TA (horas)				% H_D
	0	24	48	72	
2.25Cr1Mo	0.6	0.2	0.2	0.2	67
2.25Cr1MoV	4.3	4.2	4.1	4.1	10

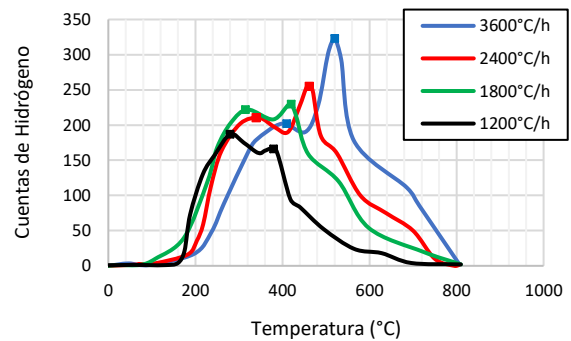


Figura 2. Perfiles de desorción obtenidos para las diferentes tasas de calentamiento (ϕ_i) en el grado de acero 2.25Cr1Mo.

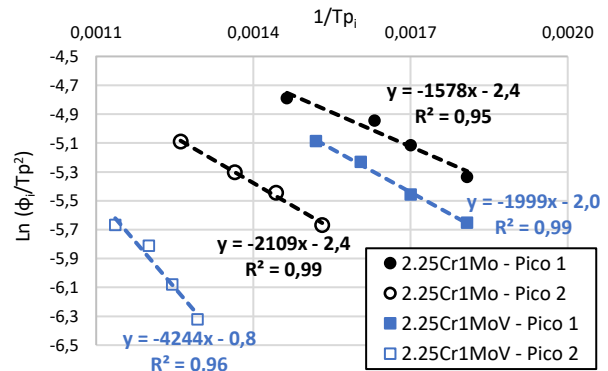


Figura 3. Determinación de las energías de activación, E_a (kJ/mol), a partir de los perfiles de desorción obtenidos para las diferentes tasas de calentamiento (ϕ_i). T_p : temperatura del pico de desorción de hidrógeno.

Tabla 4. Energías de activación, E_a (kJ/mol). 'R representa la constante de los gases ideales'.

Acero	Pico de desorción	$m = -\frac{E_a}{R}$	E_a (kJ/mol)
2.25Cr1Mo	1	1578	13
	2	2109	18
2.25Cr1MoV	1	1999	17
	2	4244	35

En base a los resultados obtenidos, en ambas calidades de acero se identificaron dos picos de desorción de hidrógeno. En el caso del acero 2.25Cr1Mo, el primer pico con una energía de 13 kJ/mol fue atribuido a la desorción de hidrógeno desde los (Cr,Mo)C mientras que el segundo pico con una energía de 18 kJ/mol fue atribuido a la desorción de hidrógeno desde las intercaras entre lajas y paquetes de martensita [2]. En cambio, en el grado aleado con vanadio, se encontró una energía de activación notablemente mayor, de 35 kJ/mol. Esta energía se ha relacionado en este estudio con la difusión de hidrógeno desde los carburos nanométricos de vanadio-molibdeno (ver Figura 4) que son considerados como trampas relativamente fuertes de hidrógeno con un carácter de atrapamiento irreversible [2].

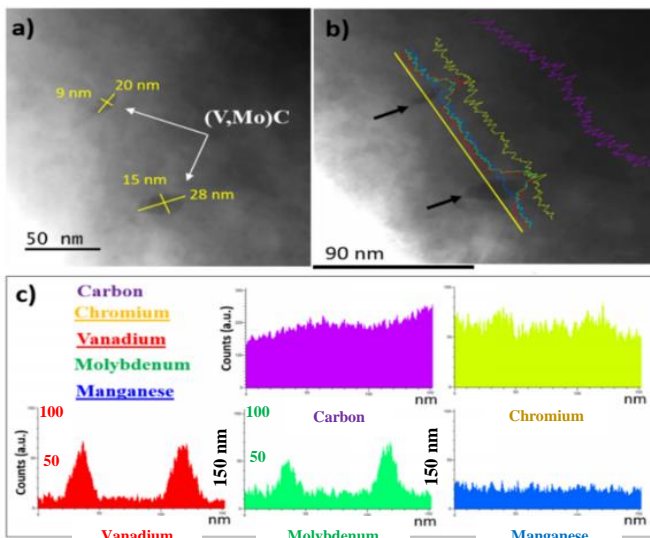


Figura 4. Análisis TEM del acero 2.25Cr1MoV [5]. (a,b) Imágenes STEM. (c) Número de cuentas realizadas a lo largo de la distancia identificada en (b) mediante la línea amarilla (150 nm).

A este mismo respecto y de acuerdo con los datos presentados anteriormente en la Tabla 3, se puede apreciar como el contenido de hidrógeno tras 72 horas de exposición a TA de las muestras cilíndricas apenas ha variado en el grado de acero aleado con vanadio. Esto pone en evidencia una vez más el fuerte carácter de atrapamiento que poseen estos carburos mixtos de vanadio-molibdeno. En el acero aleado con vanadio, aproximadamente el 90% del hidrógeno introducido queda irreversiblemente atrapado a TA en la microestructura de este acero.

3.3 Ensayos de permeación de hidrógeno

En la Figura 5 y en la Tabla 5 se muestran los resultados obtenidos a partir de los ensayos de permeación de hidrógeno. Es importante apreciar que el coeficiente de difusión aparente (D_{app}) determinado en el grado aleado con vanadio fue en torno a 7 veces menor que el estimado en la calidad libre de vanadio. Como se ha venido comentando, el carácter de trampa fuerte asociado a los carburos nanométricos (V,Mo)C precipitados durante el tratamiento de revenido, ha contribuido notablemente a disminuir el coeficiente de difusión del hidrógeno en este acero.

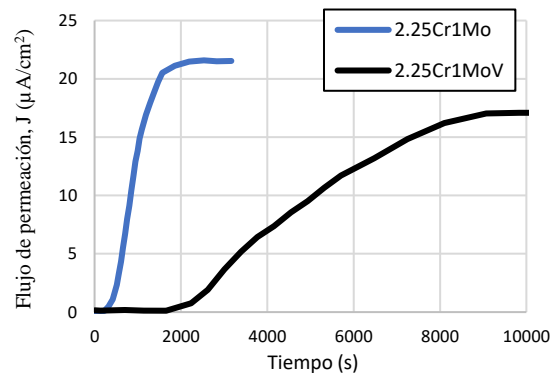


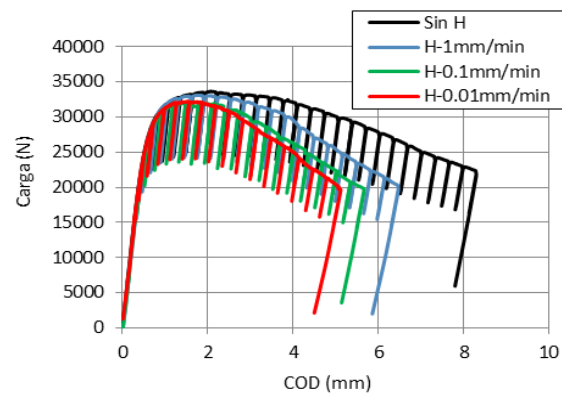
Figura 5. Permeación electroquímica de hidrógeno

Tabla 5. Resultados obtenidos a partir de los ensayos de permeación de hidrógeno

Acero	J_{max} ($\mu A/cm^2$)	C_{app} (ppm)	D_{app} (m^2/s)
2.25Cr1Mo	21.5	1.7	$1.7 \cdot 10^{-10}$
2.25Cr1MoV	17.0	7.1	$2.6 \cdot 10^{-11}$

3.4 Ensayos de tenacidad a fractura

En la Figura 6 se muestra, a modo ejemplo, la curva carga frente a COD (a) y la curva J-R (b) correspondiente al grado de acero 2.25Cr1MoV. Finalmente, los resultados obtenidos para ambas calidades de acero, con y sin vanadio, se recogen en la Tabla 6.



(a)

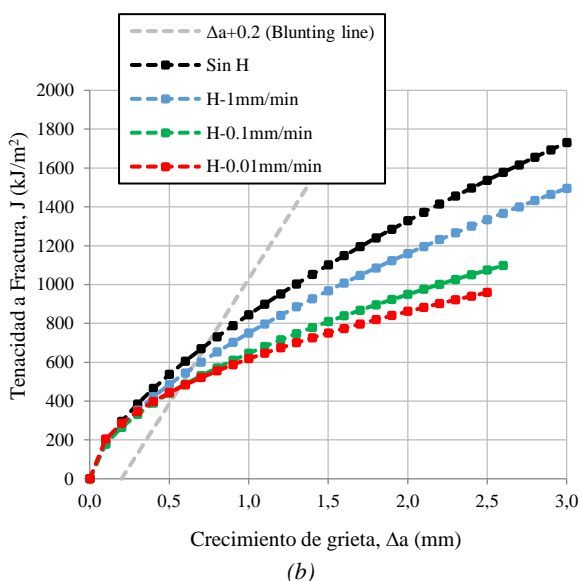


Figura 6. (a) Curva Carga vs. COD. (b) Curva J-Δa. Acero 2.25Cr1MoV

Tabla 6. Resultados obtenidos a partir de los ensayos de tenacidad a fractura sobre probetas precargadas con hidrógeno. Índice de fragilización: $IFPH = \frac{J_{0.2} - J_{0.2H}}{J_{0.2}}$ (%)

Acero	V _{test} (mm/min)	J _{0.2/BL} (kJ/m²)	IFPH (%)	*Mecanismo de fractura
2.25CrMo	1 (sin H)	904	-	MVC
	1	502	44	MVC+PRHIC
	0.1	602	33	MVC+PRHIC
	0.01	465	49	MVC+PRHIC
2.25Cr1MoV	1 (sin H)	672	-	MVC
	1	542	19	MVC
	0.1	420	38	MVC
	0.01	448	33	MVC

* MVC: Microvoid coalescence; PRHIC: plasticity-related hydrogen induced cracking.

Los efectos de la presencia de hidrógeno han sido muy destacados en estos ensayos, ya que ha supuesto una muy clara y significativa disminución de la resistencia al inicio del avance de la grieta. Además, los efectos del hidrógeno interno han sido más notorios en el grado de acero 2.25Cr1Mo. A este respecto, se han determinado mayores índices de fragilización por hidrógeno (IFPH) y los micromecanismos de fractura se han visto también modificados. Sin embargo, el grado aleado con vanadio mostró siempre un mecanismo de fractura totalmente dúctil (con hidrógeno a todas las velocidades de ensayo). Cabe recordar que en esta calidad de acero, los carburos mixtos de vanadio-molibdeno contribuyen a retener el hidrógeno de manera irreversible dificultando así su difusión hacia la punta de la grieta donde se puede desencadenar el proceso de fragilización cuando se alcanza una concentración crítica de hidrógeno [2-5].

3.5 Ensayos de crecimiento de grieta por fatiga

En la Figura 7, se muestran las curvas de velocidad de crecimiento de grieta por fatiga (da/dN) frente a la amplitud del factor de intensidad de tensión (ΔK) obtenidos con las dos calidades de acero.

El efecto acelerador del hidrógeno sobre la velocidad de propagación de grietas por fatiga solo se apreció en el grado de acero 2.5Cr1Mo para frecuencias inferiores a 10 Hz (1 Hz y 0.1 Hz), siendo tanto mayor cuanto menor es la frecuencia de ensayo [4]. También se hace notar que el incremento de la velocidad de crecimiento de grieta debida al efecto del hidrógeno es tanto mayor cuanto menor es el factor ΔK aplicado. Para ΔK=30 MPa·m^{0.5} y frecuencias de 0.1 Hz, la velocidad de crecimiento de grieta llegó a ser 15 veces superior respecto a la determinada en los ensayos sin hidrógeno (ver Figura 7). De acuerdo con esto, las observaciones de la superficie de fractura revelaron la presencia de zonas con apariencia de fractura intergranular y micromecanismo de fractura PRHIC (ver Figura 8) respecto a lo observado en la probeta ensayada sin hidrógeno, cuya superficie de fractura se caracterizó por la presencia de estrías de fatiga.

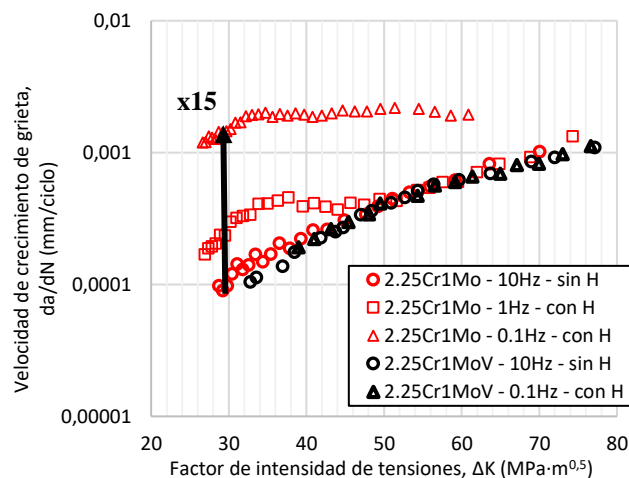


Figura 7. Curvas de crecimiento de grieta por fatiga.

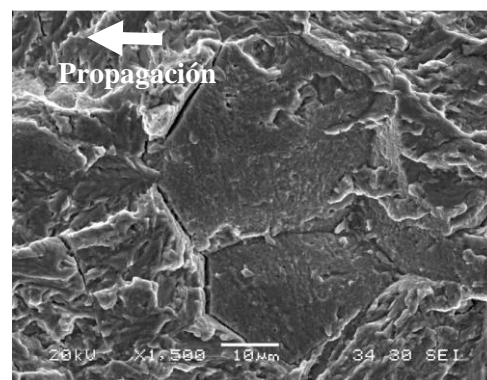


Figura 8. 2.25Cr1Mo ensayado con hidrógeno a 0.1 Hz. Zonas con apariencia de fractura intergranular y mecanismo PRHIC en torno a ΔK=30 MPa·m^{0.5}

En cuanto al grado de acero 2.25Cr1MoV, la velocidad de crecimiento de grieta por fatiga no se vio afectada por la presencia de hidrógeno con independencia de la frecuencia utilizada en el ensayo.

4 DISCUSIÓN Y CONCLUSIONES

La precarga térmica llevada a cabo (450°C y 19.5 bar durante 21 horas) ha conseguido introducir concentraciones de hidrógeno significativas en los grados de acero estudiados, que nos ha permitido estudiar el comportamiento de los aceros con hidrógeno interno utilizando probetas precargadas.

Se ha puesto también de manifiesto que el coeficiente de difusión aparente de hidrógeno estimado en la calidad 2.25Cr1MoV fue notablemente menor en virtud de la mayor energía de activación (35 kJ/mol) que necesita el hidrógeno para difundir desde los carburos nanométricos de vanadio-molibdeno precipitados durante el tratamiento de revenido de este acero. Estas singularidades nanométricas distribuidas de forma homogénea en la microestructura del acero contribuyen a retrasar la difusión de hidrógeno al tiempo que disminuye el hidrógeno difusible. Aunque el contenido de hidrógeno introducido en el acero aleado con vanadio fue inicialmente mayor (4.3 ppm), la mayor parte ($\approx 90\%$) permanece atrapado de manera irreversible en las singularidades microestructurales identificadas en este acero, principalmente, carburos de tipo (V,Mo)C.

En cuanto a los ensayos de tenacidad a fractura, el valor de $J_{0.2BL}$ de la tenacidad para el inicio del crecimiento de la grieta ha disminuido considerablemente en ambas calidades de acero. Con la presencia de hidrógeno, sin embargo, esta disminución fue más acusada en el grado de acero 2.25Cr1Mo. Pese a haber introducido una cantidad inicial de hidrógeno menor (0.6 ppm), se obtuvo un mayor porcentaje de hidrógeno difusible ($\approx 67\%$), que es capaz de difundir hacia la punta de la grieta, contribuyendo al proceso de fragilización.

En el caso de los ensayos de crecimiento de grieta por fatiga sólo la calidad de acero 2.25Cr1Mo ha evidenciado signos de FPH. Este efecto fue más acusado en el caso de las probetas ensayadas a frecuencia baja (0.1 Hz) y a valores bajos de ΔK . En estas condiciones, la velocidad de crecimiento de grieta es lo suficientemente lenta como para posibilitar la acumulación de hidrógeno en el frente de la grieta en cada ciclo de carga y desencadenar el proceso de fragilización. En cambio, el grado de acero aleado con vanadio no evidenció signos de fragilización con independencia de la frecuencia utilizada en los ensayos. La distribución homogénea de trampas microestructurales nanométricas, como son los carburos mixtos de vanadio-molibdeno, que actúan como trampas

fuertes para el hidrógeno ($E_a=35$ kJ/mol) posibilitan la retención de éste. De esta manera, se dificulta su difusión hacia las zonas potencialmente fragilizantes, al tiempo que propician que quede una menor cantidad de hidrógeno difusible ($\approx 10\%$), lo que contribuye a mejorar el comportamiento mecánico a fatiga del acero 2.25Cr1MoV en presencia de hidrógeno.

Se ha demostrado que la adición de vanadio (+0.3%V) posibilita el uso de aceros de mayor límite elástico sin que por ello aumente la susceptibilidad a la FPH. Se ha puesto en evidencia que aunque la cantidad total de hidrógeno introducida inicialmente en la calidad aleada con vanadio fue mayor, el comportamiento mecánico de este acero en presencia de hidrógeno fue notablemente mejor que el de la calidad libre de vanadio.

AGRADECIMIENTOS

Los autores desean agradecer la financiación recibida del Ministerio de Energía y Competitividad en el marco del proyecto MAT2014-58738-C3-1-R.

REFERENCIAS

- [1] L. Briottet, R. Batisse, G. de Dinechin, P. Langlois, and L. Thiers. 'Recommendations on X80 steel for the design of hydrogen gas transmission pipelines'. *International Journal of Hydrogen Energy*, 37, 11, 2012, 9423-9430.
- [2] L.B.Peral, A.Zafra, I.Fernández-Pariente, C.Rodríguez, J.Belzunce. 'Effect of Internal Hydrogen on the Tensile Properties of Different CrMo(V) steel grades: Influence of Vanadium Addition on Hydrogen Trapping and Diffusion'. *International Journal of Hydrogen Energy*. 45-41, 2020, 22054-22079.
- [3] L.B.Peral, A.Zafra, J.Belzunce, C.Rodríguez. 'Effects of hydrogen on the fracture toughness of CrMo and CrMoV steels quenched and tempered at different temperatures'. *International Journal of Hydrogen Energy*. 44-7, 2019, 3953-3965.
- [4] L.B.Peral, A.Zafra, S.Blasón, C.Rodríguez, J.Belzunce. 'Effect of hydrogen on the fatigue crack growth rate of quenched and tempered CrMo and CrMoV steels'. *International Journal of Fatigue*. 120, 2019, 201-214.
- [5] L.B.Peral, Z.Amghouz, C.Colombo, I.Fernández-Pariente. 'Evaluation of Hydrogen Trapping and Diffusion in Two Cold Worked CrMo(V) Steel Grades by Means of the Electrochemical Hydrogen Permeation Technique'. *Theoretical and Applied Fracture Mechanics*. 110, 2020, 102771.

ESTUDIO MICRO-ESTRUCTURAL DEL CUELLO DE ESTRICCIÓN EN ALAMBRES DE ACERO PERLÍTICO TREFILADO SOMETIDOS A SOLICITACIONES DE TRACCIÓN

Rocío Rodríguez, Fco-Javier Ayaso, Jesús Toribio

Grupo de Investigación en Fractura e Integridad Estructural (GIFIE), Universidad de Salamanca (USAL)
Campus Viriato, Avda. Requejo 33, 49022 Zamora, España
Correo-e: rociorg@usal.es

RESUMEN

El principal objetivo de este artículo es el análisis de los cambios micro-estructurales que se generan en el cuello de estricción de distintos alambres de acero perlítico, pertenecientes a una cadena real de trefilado. Para la realización del estudio se han sometido los distintos alambres a ensayos bajo sollicitación de tracción sin llegar a la fractura total por separación de superficies, abortando el ensayo durante el pleno desarrollo de la estricción de cada probeta. El estudio micro-estructural se ha centrado en la medición del espaciado interlaminar existente entre las láminas de ferrita y de cementita que conforman las colonias de perlita, así como la realización de ensayos por indentación aguda de Vickers para la obtención de la micro-dureza en las distintas zonas del cuello de estricción.

PALABRAS CLAVE: Acero perlítico, Trefilado, Microdurezas.

ABSTRACT

The main objective of this article is the analysis of the micro-structural changes which are generated during necking of different pearlitic steel wires, belonging to a real cold drawing chain. For the completion of the study, the different wires have been tested on request for tension without reaching the total fracture by surface separation, aborting the test during the full development of the necking of each specimen. The micro-structural study has focused on measuring the interlaminar spacing between ferrite and cementite sheets that make up the perlite colonies as well as conducting acute Vickers indentation tests to obtain micro-hardness in the different areas of the necking area.

KEYWORDS: Pearlitic steel, Cold drawing, Micro-hardness

1. INTRODUCCIÓN

El trefilado produce cambios microestructurales en el acero tales como la reorientación de las colonias de perlita y de las láminas que las conforman en la dirección del eje longitudinal del alambre, así como una disminución progresiva del espaciado interlaminar y un aumento en la esbeltez de las mismas [1,2]. Cabe destacar la existencia de colonias cuyas láminas no se han orientado en la dirección del proceso de trefilado (pseudocolonias perlíticas), las cuales presentan un espaciado interlaminar anómalo, de un valor mucho mayor que el resto de la microestructura [3,4]. Además el proceso de trefilado produce un aumento en la densidad de dislocaciones [5].

Han sido muchos los estudios que se han centrado en el análisis del cuello de estricción, entre ellos cabe destacar estudios recientes sobre la distribución de tensiones como [6], en el cual se estudia dicha

distribución generada durante la formación del cuello de estricción en aceros que han sido sometidos a un proceso de trefilado previo. Otros estudios además estudian la influencia de esta distribución sobre partículas presentes en dichos cuellos de estricción [7].

En el presente artículo se han realizado medidas del espaciado interlaminar, de la distancia entre las láminas de ferrita y de cementita que conforman las colonias de perlita, así como ensayos por indentación aguda de Vickers para la obtención de la micro-dureza en distintas zonas del cuello de estricción que se genera en alambres de acero perlíticos trefilados sometidos a ensayos de tracción simple interrumpidos.

2. PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL

Para la realización del estudio del cuello de estricción se han utilizado los alambres pertenecientes al alambroón inicial, al cuarto y quinto paso del proceso y al alambre

de pretensado, o producto final, de la familia de acero E, cuya composición se muestra en la tabla 1. Las probetas, tres por cada muestra, han sido sometidas a ensayos de tracción simple que se han interrumpido antes de la fractura total, para así poder visualizar el mayor daño posible producido en la microestructura previo a la rotura.

Tabla 1. Composición química del acero tipo E.

(%).	C	Mn	Si	P	S	Al	Cr	V
E	0.79	0.68	0.21	0.01	0.01	0.003	0.22	0.06

El acero de la familia E analizado ha sido sometido a siete pasos en el proceso de trefilado nombrados con números correspondientes a cada paso, siendo 0 el alambroń inicial y 7 el alambre de pretensado comercial. El diámetro (ϕ) de cada uno de estos alambres es el correspondiente a cada uno de los pasos del proceso de trefilado, el cual disminuye paulatinamente debido a la deformación plástica acumulada (ϵ^P) durante dicho proceso, tabla 2.

Tabla 2. Diámetros y deformación plástica: acero E.

Acero	0	1	2	3	4	5	6	7
ϕ (mm)	11.03	9.90	8.95	8.21	7.49	6.80	6.26	5.04
ϵ^P	0.00	0.22	0.42	0.59	0.78	0.97	1.13	1.57

Los pasos del proceso de trefilado seleccionados para el estudio son el alambroń inicial (el cual no ha sufrido ningún paso del proceso de trefilado), dos de los pasos intermedios (por poseer la mitad de la deformación plástica acumulada en el proceso) y el último paso o alambre de pretensado comercial.

El ensayo de tracción simple interrumpido, al que han sido sometidas las diversas probetas estudiadas, se ha realizado bajo un control de la velocidad de desplazamiento de la cruceta o actuador de la máquina de ensayo. En este caso la velocidad elegida para una correcta toma de datos y control del ensayo ha sido de 2 mm/minuto. El ensayo se detiene al observar el cuello de estricción que precede a la rotura del material. No obstante para conseguir el máximo cuello de estricción sin llegar a la fractura del material se han realizado varios ensayos. Con el programa informático Test Works 1.8, que incorpora la máquina de ensayo, se ha podido parar el ensayo a un determinado porcentaje de descenso de carga. Los ensayos se han realizado con una susceptibilidad de rotura (SR) fijada con anterioridad. Dicha susceptibilidad es el descenso en porcentaje desde la carga máxima anterior hasta el punto en el cual se encuentra el ensayo, la cual vendrá fijada. La susceptibilidad de rotura suele ser del 5% en el alambre fuertemente trefilado y del 10% en el alambroń inicial, aunque los valores de la misma varían

entre unos porcentajes próximos, llegándose a solapar de un paso de trefilado a su inmediato consecutivo.

Prefijando la susceptibilidad de rotura en los ensayos realizados a las diferentes probetas, el ensayo de tracción simple se detiene en una carga F^* inferior a la carga máxima alcanzada durante el ensayo (F_{MAX}) y superior a su vez a la carga de rotura final por separación total de superficies (F_R) del material, obteniéndose en la misma el máximo cuello de estricción posible antes de la fractura del material.

En la figura 1 se representa una curva fuerza-desplazamiento en la cual se muestra la fuerza máxima (F_{MAX}) y la fuerza de rotura (F_R) entre las cuales se situará la fuerza de parada (F^*) de los ensayos realizados. En la parte final de dicha curva se puede observar un descenso brusco de carga, en el cual se encuentra la fuerza de parada del ensayo, anterior a la carga de rotura final. Dicho descenso formado en la curva $F-u$ se caracteriza por no ser un comportamiento intrínseco del material, sino que depende de la máquina utilizada para dicho ensayo, del material y su calidad superficial así como de la velocidad de ensayo.

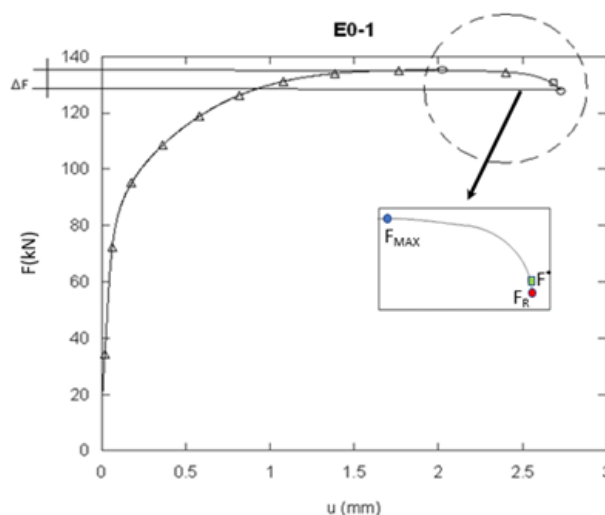


Figura 1. Curva $F-u$ de un ensayo de tracción simple.

Una vez finalizado los ensayos se han cortado longitudinalmente las probetas, embutido y pulido los distintos cuellos de estricción obtenidos, para su posterior análisis en el microscopio electrónico de barrido (MEB). Dichas muestras consisten en cilindros, que contienen el cuello de estricción de aproximadamente 1 cm de altura y con un diámetro que se corresponde con el de cada alambre en particular.

El ensayo por indentación aguda de Vickers se realiza para la obtención de la micro-dureza (HV) del material a ensayar. Los ensayos se realizaron a lo largo de la sección longitudinal de los cuellos de estricción, aplicando una carga de 19.614N durante 15 segundos y manteniendo una distancia de separación entre ensayos de 0,5mm. En los aceros eutectoides sometidos a un proceso de trefilado se produce un aumento de dureza

debido a la existencia de elevadas tensiones residuales que se inducen durante el trefilado. En el alambón y en el acero de pretensado estas tensiones son menores, en el primero porque procede de una laminación en caliente y en el último por haber sido sometido a un proceso final de relajación de tensiones [8].

Se han realizado ensayos de micro-dureza a lo largo de tres diámetros de los cuellos de estricción pertenecientes al alambón inicial, cuarto paso y del alambre de pretensado. La separación entre la realización de las filas de medida ha sido de 5mm en las distintas zonas del cuello de estricción desde la zona de menor diámetro, como se muestra en la figura 2. La nomenclatura utilizada es HV1 para la fila de micro-durezas más cercana a la zona con mayor reducción de diámetro y HV3 para la fila más alejada de dicha zona. Con los resultados obtenidos se puede observar la variación de la micro-dureza a lo largo de la dirección longitudinal del alambre y de distintos diámetros en función de la distancia considerada con la superficie de mayor reducción de diámetro.

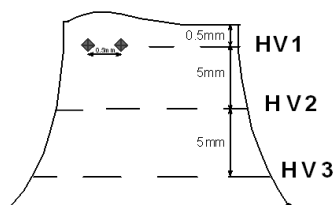


Figura 2. Medida de micro-dureza Vickers en los cuellos de estricción.

3. RESULTADOS

Para el estudio micro-estructural del cuello de estricción se han realizado micrografías a 2500 y 5000 aumentos en los cuellos de estricción generados en el alambón y el cuarto paso del proceso de trefilado de la familia de acero E. El análisis de las mismas se ha centrado en la división en dos zonas dentro del cuello de estricción, la zona central y la periferia. De cada una de éstas se ha realizado la medición del espaciado interlaminar, siendo S_{OC} el espaciado interlaminar medio obtenido en la parte central del cuello y S_{OP} el espaciado interlaminar medio obtenido en la periferia del cuello.

Tabla 3. Medidas de espaciado interlaminar en las distintas zonas de los cuellos de estricción.

(μm)	E0	E4	E7
S_{OC}	0.1511	0.1673	0.1445
S_{OP}	0.1279	0.1518	0.1270

Los resultados muestran la diferencia de espaciado interlaminar en ambas zonas, tabla 3. Ambas medidas de los distintos cuellos de estricción para los diferentes aceros estudiados muestran una reducción del espaciado interlaminar tanto en el centro como en la periferia de los mismos, siendo dicha reducción más acentuada en la periferia de los cuellos de estricción.

Una vez obtenidos los espaciados interlaminares medios, del centro y la periferia de los cuellos de estricción, se han representado en comparación con la curva de aproximación de los espaciados interlaminares medios pertenecientes a los alambres de los distintos pasos del proceso de trefilado (S_{OM}), de la familia de acero E tal y como se muestra en la figura 3.

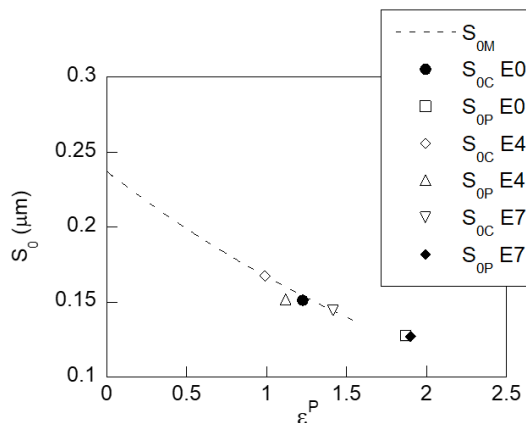
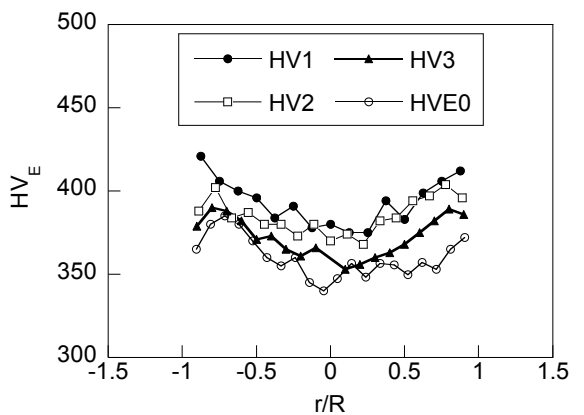


Figura 3. Espaciado interlaminar vs. Deformación plástica acumulada.

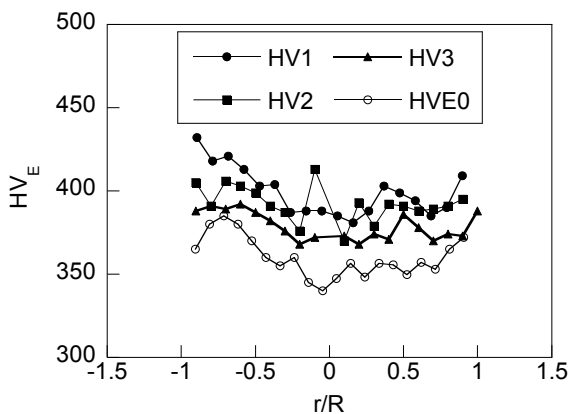
La diferencia entre la reducción del espaciado interlaminar entre el centro y la periferia de los cuellos de estricción, de los aceros examinados, es mayor cuanto menor es el grado de trefilado. El espaciado interlaminar obtenido en la periferia del cuello de estricción en el alambón inicial es muy inferior al presentado por el alambre de pretensado sin ensayar. Sin embargo cuanto mayor es el grado de trefilado del alambre de procedencia de la probeta se produce una reducción menor del espaciado interlaminar en la periferia del cuello de estricción generado. Esto es debido al endurecimiento por deformación que sufren dichos alambres al ser sometidos al proceso de trefilado.

Los resultados obtenidos muestran una reducción del espaciado interlaminar tanto en la periferia como en el centro del cuello de estricción en comparación con el espaciado interlaminar característico del alambre de partida. El espaciado interlaminar está íntimamente relacionado con la deformación plástica del alambre como ya demostraron investigaciones anteriores [2]. La deformación plástica en los centros de los cuellos de estricción, del alambón inicial y del alambre perteneciente al cuarto paso del proceso de trefilado, corresponde de forma aproximada a la de un alambre perteneciente al sexto y quinto paso del proceso de trefilado respectivamente. De igual forma el espaciado interlaminar de la periferia de los cuellos de estricción, del alambón inicial y el cuarto paso del proceso, se aproximan a la deformación plástica mostrada por los alambres pertenecientes al alambre de pretensado y sexto paso del trefilado respectivamente. En cuanto al espaciado interlaminar obtenido en el centro y la

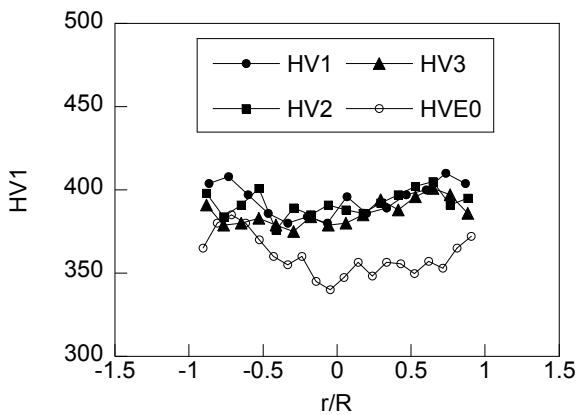
periferia de los cuellos de estrangulación del alambre de pretensado final, éste sufre una mayor reducción en la periferia del alambre, al igual que sucede en los cuellos de estrangulación del alambroón inicial y el alambre perteneciente al cuarto paso. Cabe señalar que ambas medidas de los espaciados interlaminares en el cuello de estrangulación del alambre de pretensado son significativamente inferiores a los obtenidos en el alambre de partida, sin ensayar.



(a)



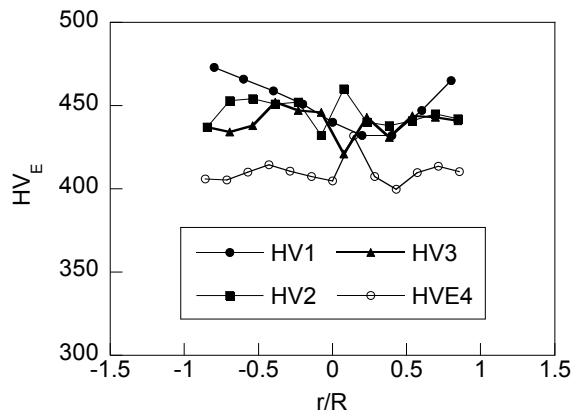
(b)



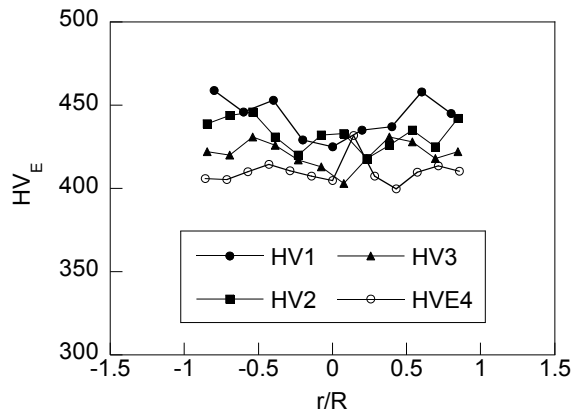
(c)

Figura 4. Micro-dureza Vickers de los cuellos de estrangulación de las probetas: (a) E0-1, (b) E0-2 y (c) E0-3.

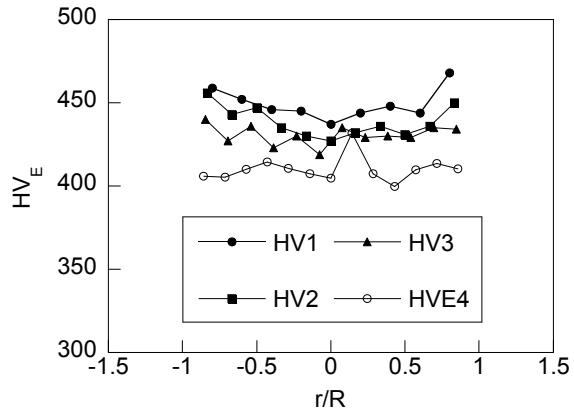
En las figuras 4-6, se han representado los resultados de las micro-durezas en los distintos cuellos de estrangulación de las probetas analizadas, pertenecientes al alambroón inicial, alambre del cuarto paso del proceso de trefilado y alambre de pretensado, junto con las micro-durezas obtenidas de los alambres correspondientes a cada paso sin ensayar, éstos han sido nombrados como HVE0 para la micro-dureza correspondiente al alambroón inicial, así como HVE4 y HVE7 para la micro-dureza de los alambres correspondiente al cuarto y séptimo paso (o producto final) respectivamente.



(a)



(b)



(c)

Figura 5. Micro-dureza Vickers de los cuellos de estrangulación de las probetas: (a) E4-1, (b) E4-2 y (c) E4-3.

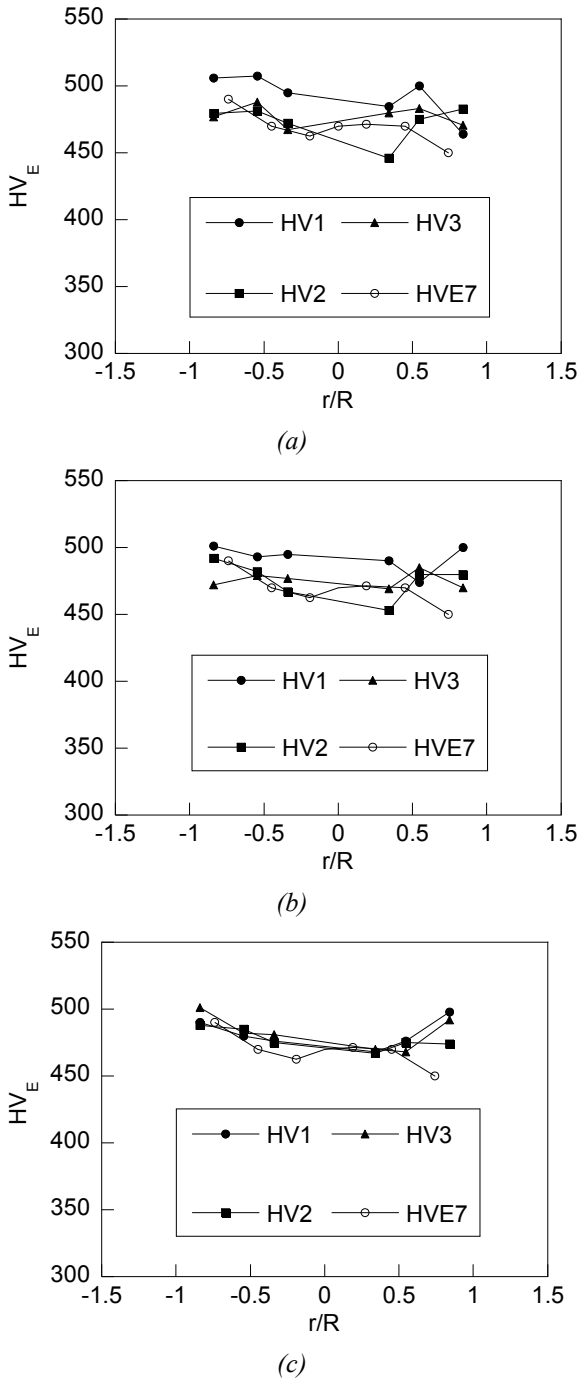


Figura 6. Microdureza Vickers de los cuellos de estricción de las probetas: (a) E7-1, (b) E7-2 y (c) E7-3.

Para la representación de las micro-durezas a lo largo del diámetro del alambre se ha adimensionalizado el radio, de forma que $r/R = 0$ se corresponde con el centro del alambre y $r/R = +1$ con el borde. En la figura 4 se puede observar la variación de la micro-dureza en los perfiles pertenecientes a los cuellos de estricción del alambre inicial. Como resultado se observa un aumento de micro-dureza en la periferia de los cuellos y un aumento menos acentuado en los centros.

Cabe destacar la simetría que se presenta en los perfiles de micro-dureza obtenidos de los cuellos de estricción pertenecientes a las probetas E0-1 y E0-3. En los cuellos de estricción formados en las probetas de alambre inicial, las mayores micro-durezas se sitúan en la periferia de los mismos, mientras en las proximidades del alambre se puede observar de forma puntual un aumento de la micro-dureza. En comparación con las micro-durezas exhibidas por los alambres pertenecientes a los distintos pasos del proceso de trefilado, la media de las micro-durezas obtenidas en la periferia del cuello del alambre inicial es próxima a las de un alambre perteneciente al segundo o tercer paso del proceso de trefilado, mientras las obtenidas en el centro de cuello se aproximan a las correspondientes a un alambre E0.

Se ha observado un aumento de micro-dureza en todas las probetas ensayadas en comparativa con las micro-durezas obtenidas de alambres sin ensayar correspondientes al mismo paso del proceso de trefilado. Un ejemplo de este hecho son las micro-durezas de las probetas ensayadas pertenecientes al cuarto paso del proceso, en las correspondientes a la periferia del cuello de estricción se han obtenido valores semejantes a los de las micro-durezas presentadas en un alambre correspondiente al sexto paso del trefilado sin ensayar, mientras en el centro del cuello de estricción los valores son mayores y próximos a los obtenidos en un alambre perteneciente al último paso del proceso.

En las micro-durezas obtenidas en el cuello de estricción del alambre de pretensado, figura 6, se puede observar cómo los valores entre las distintas zonas de toma de datos, HV1, HV2 y HV3 son menos dispares que en las micro-durezas ya analizadas en los pasos anteriores. Cabe señalar que aunque las diferencias sean menores, las micro-durezas obtenidas son mayores cuanto más próxima es la zona a la superficie de la probeta en cuestión. Los valores de las micro-durezas obtenidas en los cuellos de estricción del alambre de pretensado son mayores al resto de las micro-durezas obtenidas en los cuellos de estricción del resto de los alambres analizados.

4. DISCUSIÓN

Cuando se forma el cuello de estricción aparece un estado de tensiones triaxial como consecuencia del mismo. Dicho estado tensional triaxial en el fondo del cuello de estricción viene dado, en coordenadas cilíndricas, por la tensión axial σ_x , y por las tensiones radial y circunferencial σ_r y σ_θ , siendo $\sigma_r = \sigma_\theta$ [9].

$$\frac{\sigma_r}{\sigma_y} = \frac{a^2 - r^2}{2aR} ; \frac{\sigma_x}{\sigma_y} = 1 + \frac{a^2 - r^2}{2aR} \tag{1}$$

donde σ_Y es el límite elástico del material, R el radio de curvatura del cuello de estricción en la zona de mínima sección, a la distancia radial desde el fondo del cuello al punto considerado y r la distancia existente desde el eje longitudinal del alambre hasta el mencionado punto.

El estado tensional generado durante la generación del cuello de estricción hasta la rotura del mismo es la causa directa de la reducción significativa del espaciado interlaminar en todas las probetas analizadas. Además dicha reducción del espaciado es ratificada por los perfiles de micro-durezas obtenidos de los distintos cuellos de estricción analizados, tanto los pertenecientes al alambón inicial como los correspondientes al cuarto y último paso del proceso, en los cuales se muestra un aumento de micro-dureza más pronunciado en la periferia y un aumento menos acentuado en el centro de dichos cuellos, coincidiendo con las mayores tensiones en dicha zona según el procedimiento de cálculo expuesto [9].

5. CONCLUSIONES

En el presente artículo se han realizado mediciones de espaciado interlaminar y microdureza de Vickers en los cuellos de estricción generados en probetas sometidas a ensayos de tracción simple interrumpidos pertenecientes al alambón inicial, alambre del cuarto paso y alambre de pretensado comercial, obteniéndose las siguientes conclusiones:

- Se ha producido una reducción significativa del espaciado interlaminar y un aumento de la micro-dureza en todos los cuellos de estricción analizados en comparación con los valores obtenidos en alambres de procedencia sin ensayar. Dichos cambios han sido más acusados en la periferia de las probetas, hecho que sugiere una mayor deformación en esta zona del alambre durante la formación del cuello de estricción.

- La gran deformación plástica asumida durante el proceso de trefilado por el alambre de pretensado hace que éste pueda asumir menor deformación durante la generación del cuello de estricción. Este hecho se ratifica por el menor aumento de los valores de las micro-durezas obtenidas en el mismo, así como la menor disminución del espaciado interlaminar en comparación con el resto de las probetas analizadas.

- La formación del cuello de estricción hace que el material sufra un endurecimiento por deformación heterogéneo, en el cuál la periferia del alambre adquiere una micro-dureza comparable a la que podría obtenerse al someter al mismo a dos pasos más del proceso de trefilado. Sin embargo en el centro del cuello de estricción las micro-durezas obtenidas han sido comparables a las que presentan alambres sin ensayar pertenecientes a un paso más del proceso.

- Se han observado cambios significativos en los valores de las micro-durezas obtenidas en los alambres sin ensayar. Dicha variación puede deberse a los estados tenso-deformacionales inherentes al propio proceso de

trefilado, el cual produciría una deformación plástica heterogénea a lo largo de la sección del alambre, menos acentuada que la producida en la generación del cuello de estricción. Cabe por tanto la posibilidad de existencia de zonas con mayor espaciado interlaminar en la periferia de los alambres y en zonas próximas al centro de los mismos, las cuales corresponderían a mayores valores de las micro-durezas.

AGRADECIMIENTOS

Los autores desean hacer constar su agradecimiento (por la financiación aportada) a las siguientes instituciones: Ministerio de Ciencia y Tecnología (MICYT; Proyecto MAT2002-01831), Ministerio de Educación y Ciencia (MEC; Proyecto BIA2005-08965), Ministerio de Ciencia e Innovación (MICINN; Proyecto BIA2008-06810), Ministerio de Economía y Competitividad (MINECO; Proyecto BIA2011-27870), así como a la Junta de Castilla y León (JCyL; Proyectos SA067A05, SA111A07 and SA039A08).

REFERENCIAS

- [1] J. Toribio and E. Ovejero. Microstructure evolution in a pearlitic steel subjected to progressive plastic deformation. *Mater. Sci. Eng.* (1997) A234-236: 579-582.
- [2] J. Toribio and E. Ovejero, Microstructure orientation in a pearlitic steel subjected to progressive plastic deformation. *J. Mater. Sci. Lett.* (1998) 17: 1037-1040.
- [3] J. Toribio, E. Ovejero and Toledano, M., Microstructural bases of anisotropic fracture behaviour of heavily drawn steel. *Inter. J. Fract.* (1997) 87: L83-L88.
- [4] J. Toribio, E. Ovejero, F. J. Ayaso, F. J. y R. Rodríguez, Identificación de nuevas unidades microestructurales en aceros eutectoides trefilados, 5º Jornadas Internacionales de Materialografía y Caracterización Microestructural, San Sebastián, CD-ROM, 2008.
- [6] M. A. Lorenzo. Influencia de las tensiones y deformaciones residuales en la fragilización por hidrógeno de acero eutectoide trefilado. PhD Thesis. Universidad de Salamanca: Salamanca 2009.
- [7] X. Hu, D. Wilkinson, J. Mukesh and R. Mishra, The influence of particle shape, volume fraction and distribution on post-necking deformation and fracture in uniaxial tension of AA5754 sheet materials. *Int J Solids Struct.* (2009) 46: 2650–2658.
- [8] B. González, J. C. Matos, J.C., V. Kharin y J. Toribio, Microdaño por indentación aguda vickers en acero eutectoide progresivamente trefilado. *Anales de mecánica de fractura* (2006) 23: 85-90.
- [9] N. Davidkov and N. Spiridonova, Analysis of the state of stress in the neck of a tension test specimen. *Proceeding of American Society of Testing Materials* (1946) 46:1147-1158.

ANÁLISIS DE LA EVOLUCIÓN DE MICRO-DEFECTOS INTRACOLONIALES PRESENTES EN ACERO PERLÍTICO TREFILADO

Rocío Rodríguez, Fco Javier Ayaso, Jesús Toribio

Grupo de Investigación en Fractura e Integridad Estructural (GIFIE), Universidad de Salamanca (USAL)
Campus Viriato, Avda. Requejo 33, 49022 Zamora, España
Correo-e: rociorg@usal.es

RESUMEN

El presente artículo versa sobre el análisis de la evolución de los micro-defectos intracoloniales producidos en alambres de acero perlítico como consecuencia directa del proceso de trefilado. El estudio se ha realizado a partir de la observación de la microestructura de alambres pertenecientes a los distintos pasos de una cadena real de trefilado, formada por siete hileras de trefilar. La evolución de los micro-defectos intracoloniales puede ser clave en el posterior proceso de fractura del acero perlítico trefilado. El análisis de dichos micro-defectos se ha llevado a cabo tras la observación y estudio de micrografías pertenecientes a estos alambres. Para la obtención de las micrografías se han utilizado técnicas de microscopía electrónica de barrido (MEB).

PALABRAS CLAVE: Acero perlítico, Trefilado, Micro-defectos intracoloniales.

ABSTRACT

This article deals with the analysis of the evolution of intracolonial micro-defects produced in pearlitic steel wires as a direct result of the cold drawing process. The study was carried out from the observation of the microstructure of wires belonging to the different steps of a real cold drawing chain, formed by seven stages of cold drawing. The evolution of intracolonial micro-defects can be key in the subsequent fracture process of the cold drawn pearlitic steel. The analysis of these micro-defects has been carried out after the observation and study of micrographs belonging to these wires. Scanning electron microscopy (SEM) techniques have been used to obtain micrographs.

KEYWORDS: Pearlitic steel, Cold drawing, Intracolonial micro-defects.

1. INTRODUCCIÓN

El trefilado produce cambios microestructurales en el acero, tales como la re-orientación de las colonias de perlita y de las láminas que las conforman en la dirección del eje longitudinal del alambre, así como una disminución progresiva del espaciado interlaminar y un aumento en la esbeltez de las mismas [1,2]. Cabe destacar la existencia de colonias cuyas láminas no se han orientado en la dirección del proceso de trefilado (pseudocolonias perlíticas), las cuales presentan un espaciado interlaminar anómalo, de un valor mucho mayor que el resto de la microestructura [3,4]. Además el trefilado produce un aumento en la densidad de dislocaciones [5].

Los cambios microestructurales que sufren los materiales así como su relación con los posteriores procesos de fractura han sido objeto de estudio desde los albores de la ciencia de la mecánica de fractura [6]. Algunos investigadores han realizado estudios del comportamiento localmente anisótropo en fractura de probetas entalladas con simetría de revolución de aceros

progresivamente trefilados; obteniendo por un lado la influencia de la delaminación microestructural previa a la generación de la zona de proceso de fractura (ZPF), y por otro lado la influencia tanto del cambio microestructural como de los micro-defectos generados por el propio proceso de trefilado [7]. Por otra parte cabe mencionar estudios concernientes al comportamiento localmente anisótropo en fractura de aceros perlíticos trefilados previamente prefisurados por fatiga [8].

En el presente artículo se analiza la evolución de los micro-defectos intracoloniales presentes en el acero perlítico causados por el propio trefilado. El objeto de este estudio es, una vez analizados dichos micro-daños, el estudiar su posible relación con el proceso de fractura.

2. PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL

En el estudio se han empleado alambres de acero perlítico progresivamente trefilado de tres familias procedentes de cadenas reales de fabricación en siete hileras. La composición química de las mismas se

encuentra detallada en la tabla 1 (el equilibrio es Fe). Los alambres objeto de estudio de los distintos pasos de la cadena de trefilado, para las tres familias de acero analizadas se han nombrado con una letra (B, C y E), la cual indica la familia de procedencia, seguida de un número que representa el número de pasos de la cadena a los cuales ha sido sometido, siendo 0 el alambro inicial o alambre sin trefilar y 7 el alambre trefilado comercial o producto final del proceso de fabricación.

Tabla 1. Composición química de los aceros B, C y E.

(%).	C	Mn	Si	P	S	Al	Cr	V
B	0.79	0.07	0.23	0.01	0.01	0.003	0.27	0.08
C	0.79	0.67	0.20	0.01	0.01	0.003	0.19	0.053
E	0.79	0.68	0.21	0.01	0.01	0.003	0.22	0.06

Las muestras para el análisis microscópico se han obtenido mediante la realización de cortes longitudinales en todos los alambres. Las mitades obtenidas de los cortes longitudinales realizados han sido preparadas rigurosamente para lograr así la correcta observación metalográfica en el microscopio electrónico de barrido (MEB) mediante técnicas adecuadas de pulido, esmerilado y ataque químico.

3. RESULTADOS

En la presente investigación se han analizado las evoluciones de los distintos micro-daños en las láminas que conforman las colonias de perlita. Dichos micro-daños se han denominado, dada su ubicación, como intracoloniales. A continuación se describen las evoluciones de los micro-daños analizados a excepción de los generados por inclusiones, ya analizados en trabajos anteriores.

3.1. Piel de leopardo

Este micro-defecto, denominado así por su apariencia, consiste en la rotura de láminas de cementita de una misma colonia, aunque pudiera presentarse por continuidad el mismo defecto en colonias adyacentes, figura 1(a). Este micro-defecto se inicia en colonias cuyas láminas están orientadas en la dirección del eje longitudinal del alambre y muestra orientación próxima a los 45° con respecto a la dirección del proceso de trefilado. Se ha observado en micrografías pertenecientes a todos los aceros estudiados, B, C y E, desde el primer paso de trefilado.

El aspecto que presenta el micro-daño de piel de leopardo en forma de motas oscuras se consigue debido al ataque químico producido por el ácido (nital), el cual se introduce en los microvacíos generados por las roturas de las láminas de cementita produciéndose un sobreataque.

El micro-daño, denominado *piel de leopardo*, puede evolucionar a lo largo de las distintas etapas (paso por las hileras o matrices) del proceso de trefilado hacia:

-*Garras de leopardo*: formados por la unión entre los micro-daños de piel de leopardo formando micro-roturas con direcciones próximas a los 45° con respecto a la dirección del proceso de trefilado, tal y como se muestra en la figura 1(b).

-*Desgarros*: produciéndose bien entre colonias o entre las láminas de una misma colonia, generando en ocasiones la fractura de las colonias de perlita en cuestión. El proceso consiste en la unión de micro-defectos de piel de leopardo, generándose un desgarro del material compuesto por una oquedad sin láminas de cementita perceptibles en su interior. En la etapa que precede a la formación del desgarro, a partir de este micro-defecto, se puede ver como la piel de leopardo se deforma en la dirección del trefilado, figura 1(c).

-*Constreñimiento*: debido al gran constreñimiento entre colonias, las láminas de cementita que se han fragmentado pueden llegar a unirse, al desplazarse, generando morfologías semejantes a laberintos, figura 1(d).

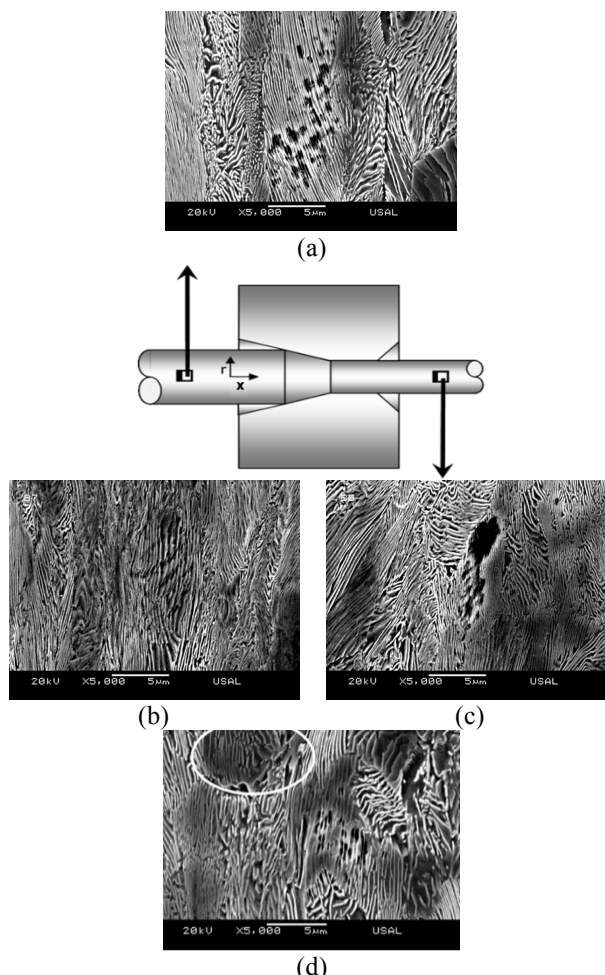


Figura 1. Evolución de la piel de leopardo a lo largo del proceso de trefilado.

Una particularidad de este micro-daño es su ubicación dentro de las colonias de perlita con láminas orientadas que poseen pseudocolonias adyacentes. Dicha particularidad se ha denominado *enjambre de micro-*

daño, el cual se produce en zonas dónde las colonias colindantes son pseudocolonias, tal y como se muestra en la figura 2.

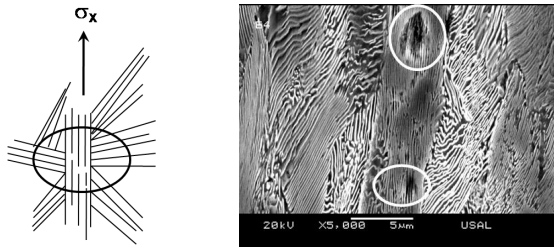


Figura 2. Mecanismo de formación y micrografía del enjambre de micro-daño.

3.2. Garras de leopardo.

Es un micro-defecto producido por la unión de las microcavidades generadas por la rotura de las láminas de cementita durante el trefilado. Se puede observar en colonias cuyas láminas están orientadas próximas a la dirección principal del alambre, figura 3(a).

Dicho micro-defecto posee una orientación aproximada de 45°, debido a un mecanismo de formación tipo Miller y Smith, observándose incluso en micrografías pertenecientes al primer paso del trefilado, con lo cual el trefilado de una sola hilera bastaría para generar dicho micro-daño en las colonias cuyas láminas están orientadas en la dirección del eje longitudinal del alambre.

Las garras de leopardo aparecen en todos los alambres pertenecientes a todos los pasos del trefilado. Como se ha observado en las micrografías analizadas, dichas garras al igual que el micro-daño precursor de éste, *piel de leopardo*, se muestran en colonias cuyas láminas ya están orientadas a favor de la dirección del eje longitudinal del alambre.

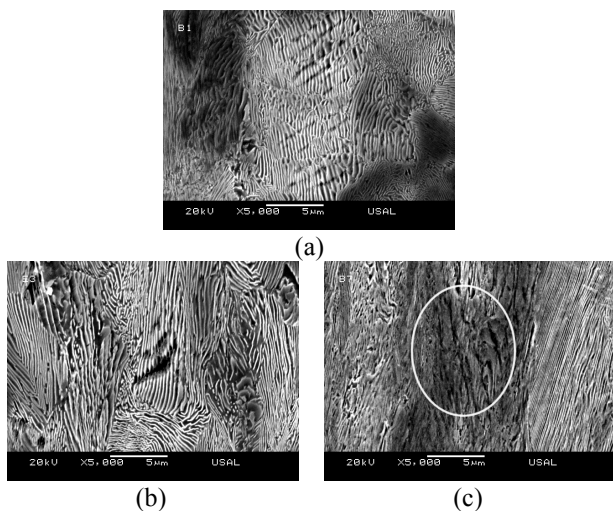


Figura 3. Micrografías pertenecientes a la evolución del micro-daño denominado garras de leopardo.

A medida que avanza el proceso de trefilado el micro-defecto denominado garra de leopardo, generado en las primeras etapas, puede evolucionar hacia:

- La formación de un desgarro intracolonia: especialmente en aquellas colonias con láminas que apenas sufren rotación durante el proceso de conformación por estar éstas orientadas en la dirección longitudinal del alambre, figura 3(b).

- Como microfisuras cuasi-paralelas a la dirección longitudinal del alambre: en aquellas colonias cuyas láminas sí han rotado notablemente hacia la dirección del eje longitudinal del alambre durante el proceso de trefilado, figura 3(c).

3.3. Rotura por curvaturas

Es un tipo de micro-daño puntual que se observa dentro de las láminas de una colonia, las cuales aparecen curvadas debido al acomodamiento de ésta durante el proceso de trefilado. La mayoría de las láminas que conforman las colonias de perlita se curvan al ser sometidas a las tensiones propias del proceso de fabricación, siendo más apreciables las curvaturas cuanto más difiere la orientación de las láminas con respecto a la del eje longitudinal del alambre considerado, figura 4(a).

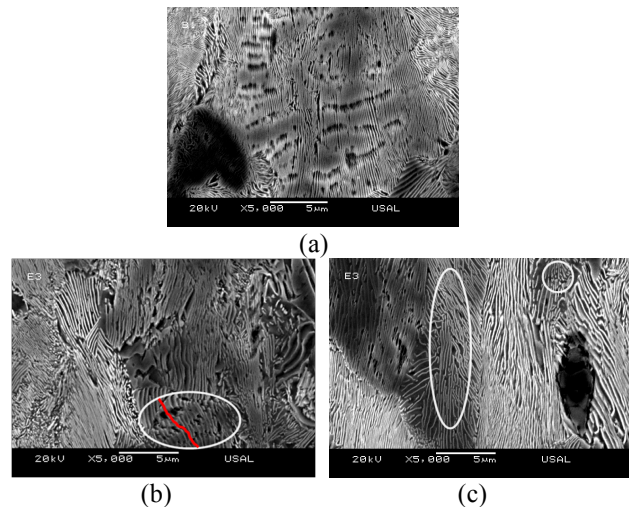


Figura 4. Evolución del micro-daño denominado rotura por curvatura de láminas de cementita durante el proceso de trefilado.

El micro-daño puede evolucionar a lo largo del trefilado de las siguientes formas:

- Deformándose en la dirección del proceso de trefilado (eje longitudinal del alambre), aumentando su anchura, figura 4(b)

- Llegando a crear verdaderos laberintos con las colonias perlíticas fragmentadas, a veces constreñido en diferente direcciones, tal y como se ha remarcado en la micrografía de la figura 4(c).

3.4. Micro-descolonización

La micro-descolonización es un micro-defecto que se produce durante el trefilado como consecuencia del no acomodamiento entre colonias, figura 5(a). Este micro-daño es específico de límites de colonia. Dicho micro-defecto comienza con la generación de huecos en el límite entre dos colonias, las láminas que conforman ambas colonias limítrofes parecen separarse formando huecos entre ambas. La generación de huecos en el límite de las colonias sigue un mecanismo similar a la formación de microhuecos descrita por Miller y Smith [10]. Se puede observar desde el primer paso del proceso de trefilado.

A lo largo del proceso de trefilado este tipo de micro-daño podrá evolucionar, como la piel de leopardo, hacia un desgarro intracolonia o intercolonial a lo largo de los límites entre colonias, siendo el desgarro intercolonial la evolución más factible, figura 5(b). Este micro-daño genera grandes discontinuidades dentro de la microestructura perlítica, figura 5(c).

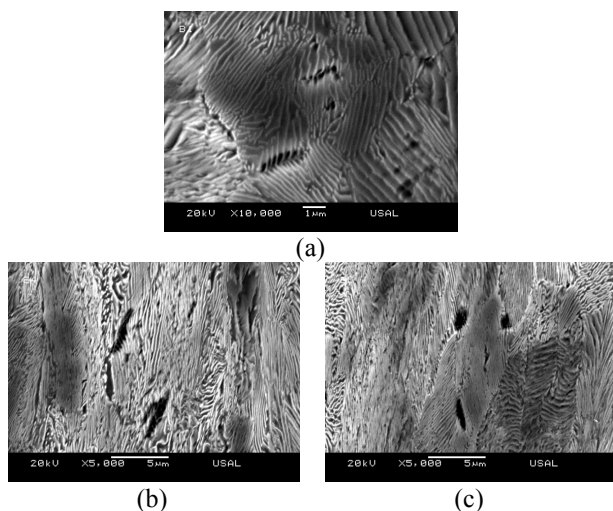


Figura 5. Evolución de las microdescolonizaciones a desgarros intracoloniales durante el proceso de trefilado.

3.5. Pseudocolonias perlíticas

Las pseudocolonias perlíticas son colonias cuyas láminas no han podido orientarse en la dirección del trefilado debido a la orientación, menos favorable al trefilado, que dichas láminas poseían al comienzo del proceso y a las tensiones ejercidas por las colonias adyacentes al orientarse sus láminas durante el trefilado, figura 6(a). Estas pseudocolonias se comportan de manera diferente al resto, siendo uno de sus aspectos más llamativos el grado de deformación plástica que presentan sus láminas de cementita, las cuales aparecen muy curvadas. Otra de las diferencias que hacen que sean distinguibles hasta en los pasos más avanzados del trefilado es su gran espaciado interlaminar, el cual aumenta a medida que el alambre de acero pasa por las hileras de trefilado [3,4].

Las pseudocolonias como tales se pueden ver a partir del tercer paso del trefilado. Las láminas que forman las pseudocolonias aparecen curvadas desde su creación, pero hay que diferenciar la curvatura ondulada de los estados iniciales de las curvaturas tan acentuadas que se pueden observar en los últimos pasos del trefilado. En el análisis de la evolución de las pseudocolonias se ha observado como en los últimos pasos del proceso de conformación éstas presentan láminas tan curvadas que incluso se cierran entre ellas mismas o se fragmentan por dichas curvaturas, figura 6(b) y 6(c).

Las tensiones a las que están sometidas las láminas que forman las pseudocolonias perlíticas, a veces son suficientes para que éstas se rompan. En algunas micrografías, sobre todo en aquellas correspondientes a las etapas finales del trefilado, figura 6(d), aparecen pseudocolonias con láminas de cementita bastante fragmentadas.

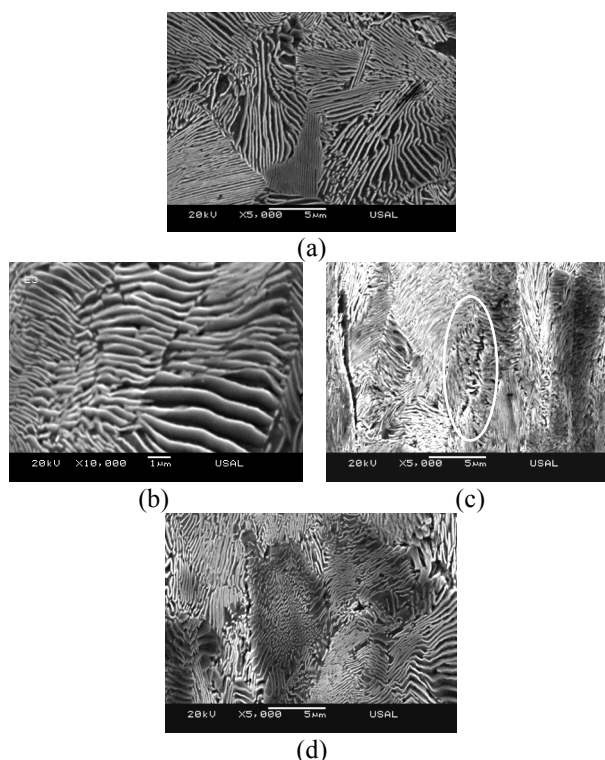


Figura 6. Micro-daño y evolución del mismo generado en una pseudocolonia perlítica.

Una vez observado el micro-daño que se produce por la fragmentación de las láminas que forman las pseudocolonias se ha analizado, como en los micro-daños anteriores, la posible evolución de éstos a lo largo del trefilado. La evolución de este micro-daño puede ser de la manera siguiente:

- Por constreñimiento de colonias vecinas, formando un entrelazado, figura 6(b).
- Los fragmentos de las láminas que han sufrido rotura se orientan a favor de la dirección del proceso de trefilado, figura 6(d).

-Las roturas de las láminas generan fragmentos que forman laberintos, figura 6(d).

3.6. Desgarros intracoloniales.

Este micro-daño aparece en la mayoría de las micrografías como evolución de otros (a medida que el alambre de acero pasa por las diferentes hileras de trefilar) y queda definido como una discontinuidad producida por roturas de múltiples láminas de cementita en las cuales se produce un despegue de material, *i.e.* en esta discontinuidad creada se pueden observar fragmentos de las láminas afectadas, figura 7.

El tipo de micro-daño por *desgarros intracoloniales* se ha encontrado a partir del primer paso del proceso de trefilado; no obstante, en las primeras etapas del mismo se puede observar con una mayor claridad.

Dentro de los *desgarros intracoloniales* se pueden observar láminas de cementita fragmentadas, el micro-defecto por tanto genera una discontinuidad del material en la que los fragmentos de láminas de cementita quedan aislados de la matriz.

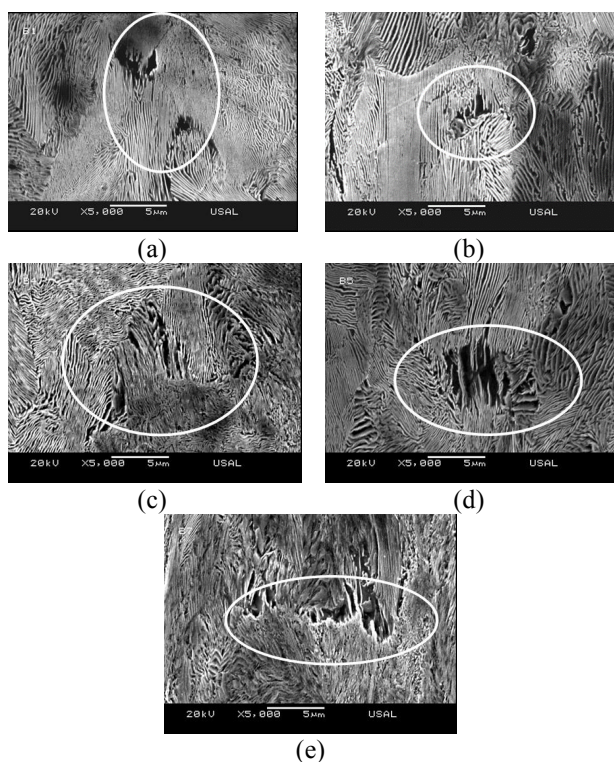


Figura 7. Micrografías pertenecientes a los diferentes pasos del proceso de trefilado en las que se muestra el micro-daño por desgarro en aceros; (a) B1, (b) B2, (c) B4, (d) B6 y (e) B7.

4. DISCUSIÓN

El análisis realizado se ha centrado en la observación del micro-daño producido por el propio proceso de conformación plástica (trefilado) dentro de las colonias de perlita así como en las láminas de ferrita y de

cementita que conforman. El trefilado crea unos cambios microestructurales que generan mejoras en las características mecánicas de los alambres tales como el aumento del límite elástico, de la resistencia a la rotura y de la tenacidad de fractura. Esta mejora de propiedades mecánicas se obtiene gracias a mecanismos de endurecimiento por deformación, sin embargo, también genera micro-daños que pueden ser claves para entender la progresión del camino de fractura. Dichos micro-daños analizados en las láminas de las colonias de perlita tienen diferentes evoluciones a lo largo del proceso de trefilado.

En cuanto al micro-daño denominado *piel de leopardo* este es consecuencia de las elevadas tensiones ejercidas durante el proceso de trefilado, tensiones las cuales son suficientes para romper las láminas de cementita y con ellas las de ferrita. Dicho micro-daño se producirá siguiendo micro-mecanismos de rotura de Miller y Smith [9].

El *enjambre de daño* producido por la presencia de pseudocolonias, es debido a que éstas son capaces de admitir una mayor deformación sin llegar a fracturarse, contrariamente a lo que les sucede a aquellas colonias con láminas paralelas a la dirección del trefilado. Las colonias colindantes que están próximas a orientarse en la dirección del trefilado admitirán una menor deformación plástica y favorecerán el estrechamiento de las láminas que conforman la colonia orientada.

Uno de los casos más claros del micro-daño producido por *rotura por curvaturas* se presenta en las pseudocolonias perlíticas; en éstas las láminas de cementita se fragmentan debido al acomodamiento de la colonia con respecto a las colonias vecinas.

Las láminas de cementita que conforman las pseudocolonias adquieren, a medida que pasan por las distintas matrices, grandes curvaturas llegando a fragmentarse. Dichas láminas se muestran mucho más curvadas a medida que avanza el grado de trefilado del alambre. Este efecto puede ser debido al fenómeno de disolución de la cementita, por un previo adelgazamiento de las láminas, o como consecuencia de soportar una mayor tensión circunferencial, o por un compendio de ambas hipótesis anteriores. Algunos estudios ratifican esta hipótesis demostrando cómo la perlita gruesa es capaz de asumir una menor deformación plástica que la perlita fina y como consecuencia su acomodamiento no se produce por medio del curvado de las láminas [10].

Los micro-daños denominados *desgarros intracoloniales* aparecen precedidos por micro-daños como; la piel de leopardo, las garras de leopardo, la rotura por curvatura y en casos excepcionales por la micro-descolonización, puesto que en éstas la mayoría de las veces no se muestra un despegue de material.

Los *desgarros intracoloniales* suelen ir asociados a *desgarros intercoloniales* debido a que el camino de progresión de este micro-daño también se produce entre los límites de las colonias. La evolución de este micro-daño al igual que en el caso del micro-daño de *desgarro intercolonial* refleja preferencias de avance en la progresión del mismo. La observación de los micro-daños de desgarro que se generan dentro de las colonias de perlita y a través de sus límites es casi siempre simultánea, puesto que el progreso de ambos va casi siempre ligado.

La relación entre los micro-daños, causados por el acomodamiento de las colonias de perlita durante el proceso de trefilado, y la fractura de los alambres pertenecientes a los distintos pasos del proceso es inherente. En los aceros fuertemente trefilados se han observado deflexiones del camino de fractura, generándose fracturas de tipo anisótropo en los mismos [3]. Los micro-daños evolucionan hacia desgarros intracoloniales e intercoloniales, los cuales generan discontinuidades del material por los cuales tendría preferencia la fractura en su progreso.

En alambres fuertemente trefilados los micro-daños son cada vez mayores, además de sumarse el hecho de la mayor orientación en estos de las colonias de perlita a favor de la dirección del proceso y por tanto de sus límites y los *desgarros intercoloniales* producidos en los mismos. Con todo ello, la deflexión del camino de fractura analizada en aceros fuertemente trefilados parece ser causada, entre otras razones, por la orientación de las colonias de perlita y las láminas que las conforman a favor de la dirección de trefilado así como por los micro-daños que se generan en este proceso.

5. CONCLUSIONES

En el presente artículo se ha realizado un análisis exhaustivo de la evolución de los micro-daños causados por el proceso de trefilado en las láminas de las colonias de la micro-estructura perlítica.

- Tanto las curvaturas sinuosas generadas en las láminas de cementita que no se orientan a favor de la dirección de trefilado, pseudocolonias, como la fragmentación de las láminas de cementita presentes en todo tipo de colonias perlíticas son un hecho clave en la evolución de la microestructura perlítica y de los micro-defectos de la misma, puesto que a medida que avanza el proceso de trefilado éstos aumentan de forma notoria.

- El análisis de los micro-daños producidos por el trefilado, así como la evolución de los mismos, es clave para comprender la elección de los caminos de la fractura durante el proceso de rotura de estos aceros.

- La evolución de los micro-daños a desgarros intracoloniales, a medida que avanza el proceso de trefilado, produce zonas de discontinuidad de la matriz

perlítica y lugares preferentes para la progresión de la fractura.

AGRADECIMIENTOS

Los autores desean hacer constar su agradecimiento (por la financiación aportada) a las siguientes instituciones: Ministerio de Ciencia y Tecnología (MICYT; Proyecto MAT2002-01831), Ministerio de Educación y Ciencia (MEC; Proyecto BIA2005-08965), Ministerio de Ciencia e Innovación (MICINN; Proyecto BIA2008-06810), Ministerio de Economía y Competitividad (MINECO; Proyecto BIA2011-27870), así como a la Junta de Castilla y León (JCyL; Proyectos SA067A05, SA111A07 and SA039A08).

REFERENCIAS

- [1] J. Toribio and E. Ovejero. Microstructure evolution in a pearlitic steel subjected to progressive plastic deformation. Mater. Sci. Eng. (1997) A234-236: 579-582.
- [2] J. Toribio and E. Ovejero, Microstructure orientation in a pearlitic steel subjected to progressive plastic deformation. J. Mater. Sci. Lett. (1998) 17: 1037-1040.
- [3] J. Toribio, E. Ovejero and Toledano, M., Microstructural bases of anisotropic fracture behaviour of heavily drawn steel. Inter. J. Fract. (1997) 87: L83-L88.
- [4] J. Toribio, E. Ovejero, F. J. Ayaso, F. J. y R. Rodríguez, Identificación de nuevas unidades microestructurales en aceros eutectoides trefilados, 5º Jornadas Internacionales de Materialografía y Caracterización Microestructural, San Sebastian, CD-ROM, 2008.
- [5] T. S. Kim, H. Kuwamura, S. Kim, Y. Lee and T. Cho, Investigation on ultimate strength of thin-walled steel single shear bolted connections with two bolts using finite element analysis. Thin-walled Structures (2009) 47: 1191-1202.
- [6] M. Dollar, I. M. Bernstein and A. W. Thompson, Influence of deformation substructure on flow and fracture of fully pearlitic steel. Acta Metall. (1998) 36: 311-320.
- [7] J. Toribio and F. J. Ayaso, Anisotropic fracture behaviour of cold drawn steel: a materials science approach. Mater. Sci. Eng. (2003) A343: 265-272.
- [8] B. González, J. C. Matos, J.C., V. Kharin y J. Toribio, Microdaño por indentación aguda vickers en acero eutectoide progresivamente trefilado. Anales de mecánica de fractura (2006) 23: 85-90.
- [9] L. M. Millwe and G. C. Smith, Tensile fracture in carbon Steel. J. Iron Steel Int. (1970) 208:998-1005.
- [10] D.A. Porter and K. E. Easterling, Dynamic studies of the tensile deformation and fracture of pearlite. Acta Metall (1978) 26:405-422.

SOLUCIONES DEL FACTOR DE INTENSIDAD DE TENSIONES PARA FISURAS ELÍPTICAS INTERNAS EN BARRAS CILÍNDRICAS SOMETIDAS A ESFUERZOS DE TRACCIÓN

J. M. Alegre¹, I. I. Cuesta¹ y A. Díaz¹

¹ Grupo de Integridad Estructural, Universidad de Burgos. Escuela Politécnica Superior. Av Cantabria s/n, 09006, Burgos, España.

* E-mail: jalegre@ubu.es

RESUMEN

Existe un gran número de aplicaciones en las cuales los defectos internos, como poros o inclusiones, son la principal causa de la iniciación de fisuras por fatiga en piezas de geometría cilíndrica. En este trabajo se presentan las soluciones del factor de intensidad de tensiones para fisuras elípticas internas en geometrías cilíndricas sometidas a esfuerzos de tracción. Las soluciones han sido obtenidas mediante un análisis por elementos finitos, y se presentan tabuladas en función de tres parámetros adimensionales: el tamaño de la fisura frente al radio de la pieza, la relación de aspecto de la fisura elíptica y la posición relativa de la misma. Para la validación del modelo numérico desarrollado, las soluciones aportadas se han comparado con una serie de soluciones representativas disponibles en la literatura. Posteriormente, y para que el análisis en fatiga de este tipo de componentes sea completo, se establecen las condiciones para la recategorización de la fisura elíptica interna en una fisura semielíptica superficial que permita continuar el cálculo en fatiga cuando el defecto interno alcance la superficie de la pieza. Finalmente, se presenta una comparación con resultados experimentales de la evolución del crecimiento de fisuras por fatiga iniciada a partir de defectos internos en probetas cilíndricas sometidas a cargas de tracción, lo que permite evaluar la capacidad de las soluciones proporcionadas para el análisis de crecimiento de grietas de fatiga en esta geometría.

ABSTRACT

There is a large number of applications in which internal defects, such as pores or inclusions, are the main cause of the fatigue cracks initiation in round bars. This paper presents a set of stress intensity factor solutions for internal elliptical cracks in round bars subjected to tensile loads. Solutions have been obtained from a 3D finite element analysis, and are presented in a tabulated form as a function of three dimensionless parameters: the crack size to the radius of the round bar, the crack aspect ratio of the elliptical flaw and its relative position in the cross area. In order to validate the numerical model developed, some extreme situations are compared with solutions of embedded elliptical flaws in different geometries available in the literature. Afterward, and in order the fatigue analysis of this geometry to be complete, the conditions for the recategorization of the internal elliptical crack to a semi-elliptical surface crack are defined, that allows the fatigue crack growth calculation to be continued as the internal defect reaches the surface of the round bar. Finally, a comparison with experimental results of the evolution of fatigue crack growth initiated from internal defects in round bars subjected to tensile loads is presented. This experimental validation allows the capacity of the solutions provided for the analysis of growth of fatigue cracks in this geometry to be evaluated.

PALABRAS CLAVE: Factor de intensidad de tensiones, barras de sección circular, fisuras elípticas internas, fatiga.

1. INTRODUCCIÓN

Las nuevas técnicas de fabricación aditiva, que actualmente se aplican en componentes de alta responsabilidad, llevan asociada la presencia de poros o defectos internos que constituyen una de las principales causas para el inicio de fisuras de fatiga [1], [2]. Otros campos importantes en los que los poros o defectos internos representan la principal causa de inicio de grietas de fatiga se pueden encontrar en piezas de fundición, ampliamente utilizadas en componentes del sector energético [3], [4].

Dado que una de las geometrías más comunes para estudiar la vida de fatiga de estos materiales es la probeta de sección circular, es necesario disponer soluciones para el cálculo del factor de intensidad de tensiones (FIT) en geometrías cilíndricas que consideren el inicio y crecimiento de fisuras que emanan de defectos internos.

El cálculo del FIT para fisuras elípticas internas ha recibido una gran atención por parte de la comunidad científica en las últimas décadas. Green [5] e Irwin [6], [7] desarrollaron por primera vez una solución exacta para una fisura elíptica interna en un sólido infinito sometido a una carga de tracción uniforme.

Posteriormente, Varfolomeev y Vainshtok [8] desarrollaron una solución basada en el método de funciones de peso para calcular el FIT en fisuras elípticas internas en placas sometidas diferentes casos de carga, incluidas distribuciones de tensión uniformes, lineales y exponenciales. Newman y Raju [9] obtuvieron mediante un extenso análisis por elementos finitos un conjunto de expresiones para calcular el FIT en fisuras elípticas (superficiales, en esquina e internas) en placas sometidas a cargas de tracción y flexión. Isida y Noguchi [10] también proporcionan unas prácticas expresiones polinómicas para el cálculo del FIT en una grieta elíptica interna situada en una posición arbitraria de una placa de espesor finito sometida a cargas de tensión constante.

Para el caso de fisuras en barras cilíndricas existen numerosos trabajos enfocados en el estudio de fisuras internas circulares (*penny-shaped cracks*). Nishioka y Atluri [11] resolvieron el cálculo del FIT en una fisura interna circular y centrada en una barra de sección circular sometida a esfuerzos de tracción y flexión. La solución de Benthem *et al* [12] para una grieta interna circular y centrada en una barra, sometida a cargas de tracción, flexión y torsión, es la incluida en el código FITNET [13] y en la guía FKM [14].

También son numerosos los estudios dedicados al cálculo del FIT en defectos iniciados en la superficie de las barras cilíndricas. Una interesante revisión crítica de las soluciones más utilizadas puede encontrarse en el trabajo de Toribio *et al* [15]. Las soluciones existentes para esta geometría cubren diferentes casos de carga, incluyendo tensión pura, flexión, torsión o incluso funciones que permiten abordar estados tensionales complejos. La mayoría de los autores consideran un desarrollo de la forma de grieta durante su crecimiento por fatiga con una forma arco-elíptica o arco-circular. Lin y Smith [16] efectuaron un estudio por elementos finitos considerando el avance de la fisura en diferentes puntos del frente de la misma y encontraron que la forma arco-elíptica permite reproducir con bastante exactitud el avance de la fisura durante el proceso de fatiga. Carpinteri *et al* [17]–[19] han estudiado también ampliamente esta geometría considerando un modelo triparamétrico para representar el frente de grieta con una forma arco-elíptica, y proponen también una sólida metodología para abordar el crecimiento de fisura en esta geometría, lo cual es especialmente interesante por la pérdida de perpendicularidad del frente de fisura en la superficie de la pieza. En el trabajo de Shin y Cai [20] se considera de nuevo un modelo triparamétrico para representar el frente de grieta y se proporcionan tanto las soluciones tabuladas como un conjunto de prácticas ecuaciones cerradas obtenidas mediante un ajuste por mínimos cuadrados, y que permiten obtener el FIT en cualquier punto del frente de fisura. Otro interesante trabajo de referencia es debido a Raju y Newman [21].

Por lo tanto, existen numerosas soluciones para el cálculo del FIT en geometrías cilíndricas cuando se considera una fisura arco-elíptica superficial o una

fisura interna circular centrada. También son numerosos los trabajos para el cálculo del FIT en fisuras internas elípticas para placas. Sin embargo, se detecta una carencia en los estudios para el cálculo del FIT en fisuras internas elípticas para barras de sección circular.

En consecuencia, el objetivo principal de este trabajo consiste precisamente en aportar soluciones del FIT para el caso de fisuras elípticas internas en una geometría cilíndrica sometida a un esfuerzo de tracción. Un amplio rango de situaciones para la forma y tamaño de la fisura, así como de su posición relativa en la sección han sido consideradas en este trabajo. Las soluciones se presentan en forma tabulada mediante tres parámetros adimensionales que permiten cubrir la mayoría de las situaciones prácticas.

Además, y para que el análisis de crecimiento de grietas de fatiga en esta geometría sea completo, una vez que el defecto interno llega a la superficie de la pieza, es necesario considerar una transición de este defecto interno a una fisura superficial, con el fin de permitir que la propagación de la fisura por fatiga pueda continuar hasta que se alcancen las condiciones críticas de rotura. En este sentido, se presentan unas condiciones para la recategorización de la fisura desde una geometría elíptica interna hasta una geometría arco-elíptica superficial.

La continuidad de las soluciones aportadas en este trabajo (fisura interna elíptica) con las soluciones existentes para fisuras arco-elípticas superficiales (eg. Shin and Cai [20]) permitirá efectuar un estudio completo de la propagación de fisuras por fatiga, iniciadas a partir de poros o defectos internos, en barras de sección circular sometidas a esfuerzos de tracción.

2. GEOMETRÍA Y MODELO NUMÉRICO

2.1. Geometría y dimensiones de la fisura

La geometría de la barra cilíndrica y las dimensiones genéricas de la fisura elíptica interna analizada se presentan en la Figura 1.

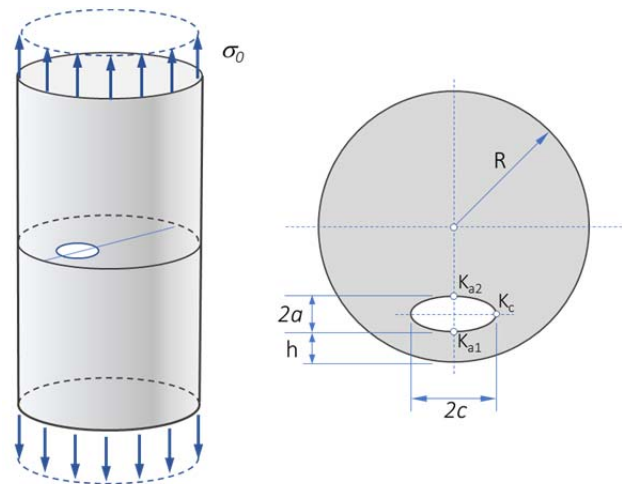


Figura 1. Geometría y dimensiones de la fisura interna.

La posición y forma de la fisura queda perfectamente definida mediante tres parámetros, que son los dos semiejes de la elipse (a y c) y la anchura del ligamento (h). La barra viene definida por su radio (R) y la carga uniforme aplicada en los extremos de la barra por su tensión media (σ_0). Los parámetros geométricos han sido normalizados, definiendo tres nuevas variables que permiten cubrir la mayoría de las situaciones prácticas:

- $(a + h) / R$, que define la posición relativa del centro de la fisura respecto del centro de la sección circular. Su valor puede variar desde 1 para fisuras centradas hasta valores de 0.05 para fisuras muy próximas a la superficie de la sección.
- $a / (a + h)$, que define el tamaño relativo de la fisura, frente a la distancia desde el centro de la elipse hasta la superficie. Su valor varía desde 0.05 hasta 0.95.
- a / c , que define la relación de aspecto de la fisura elíptica. Su valor varía desde 0.2 para fisuras alargadas hasta 1.0 para fisuras circulares.

2.2. Modelo numérico para el cálculo del FIT

Para el cálculo del FIT se ha desarrollado un modelo numérico con el software Abaqus, utilizando elementos cuadráticos de 20 nodos con integración reducida (C3D20R). Debido a la doble simetría solo se ha modelizado un cuarto de la geometría. La singularidad de tensiones en la punta de la grieta se ha modelado utilizando elementos singulares degenerados con el nodo a 1/4. Se ha realizado un análisis de sensibilidad del tamaño de malla y del número de elementos en el frente de grieta con el fin de seleccionar el número óptimo de elementos para equilibrar la precisión y el tiempo de cálculo. Se han elegido 8 elementos para la semi-roseta circular alrededor de la punta de la fisura, y de 100 elementos para modelizar el frente de grieta. Un detalle del mallado utilizado se presenta en la Figura 2.

El cálculo del FIT se ha efectuado en todos los puntos del frente de grieta a partir del cálculo de la integral J . En un análisis elástico-plástico, la integral J está formada por dos componentes, una parte elástica J_e y una parte plástica J_p . Para problemas elástico-lineales la componente elástica de J puede relacionarse directamente con el factor de intensidad de tensiones K_I , a partir de la siguiente expresión,

$$K_I = \sqrt{J_e \cdot E'} \quad (1)$$

donde $E' = E$ para tensión plana y $E' = E / (1-\nu^2)$ para deformación plana, siendo E es el módulo de elasticidad y ν el coeficiente de Poisson. Por lo general, las condiciones de deformación plana se pueden asumir a lo largo de todo el frente de grieta, excepto en las superficies libres donde se generan condiciones de tensión plana. En este caso, y dado que se está analizando una fisura interna, se pueden asumir condiciones de deformación plana para todos los puntos del frente de grieta.

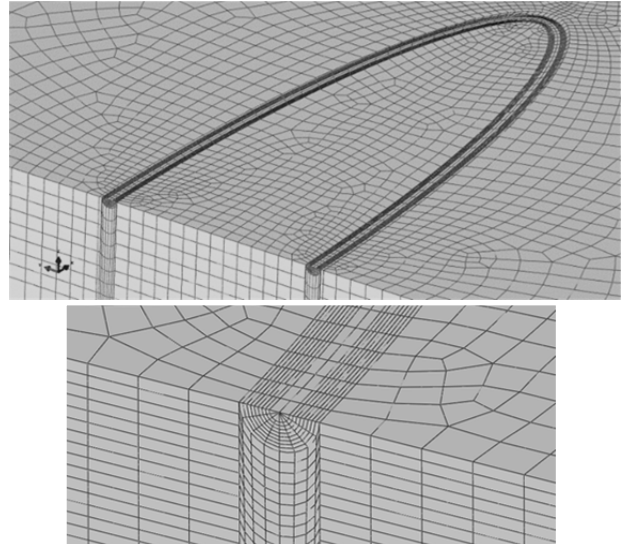


Figura 2. Detalle del mallado del modelo numérico de una fisura elíptica descentrada para $a/c=0.2$.

3. SOLUCIONES DE LOS FIT

La forma general del factor de intensidad de tensiones para los tres valores correspondientes a los vértices de la elipse que definen la fisura (Figura 1) se puede representar como:

$$\begin{aligned} K_{a1} &= F_{a1} \cdot \sigma_0 \cdot \sqrt{\pi a} \\ K_{a2} &= F_{a2} \cdot \sigma_0 \cdot \sqrt{\pi a} \\ K_c &= F_c \cdot \sigma_0 \cdot \sqrt{\pi a} \end{aligned} \quad (2)$$

Donde F_{a1} , F_{a2} y F_c son los factores geométricos calculados en función de los tres parámetros adimensionales, $(a+h)/R$, $a/(a+h)$ y a/c .

Las Tablas 1 a 3 presentan los resultados de dichos factores geométricos para los vértices de la elipse. Los valores no tabulados se corresponden con situaciones que no son geoméricamente posibles para la geometría de la fisura dentro de la sección.

4. COMPARACIÓN CON SOLUCIONES DISPONIBLES EN LA LITERATURA

Para la validación de las soluciones aportadas en este trabajo se ha procedido a la comparación de determinadas situaciones que son extrapolables con soluciones disponibles en la literatura.

En primer lugar, se dispone de la solución del FIT para una fisura circular ($a/c = 1$) en una barra de sección circular sometida a un esfuerzo de tracción, desarrollada por Benthem *et al* [12], la cual está incluida en el procedimiento FITNET [13] y en la guía FKM [14]. La Figura 3 representa el ajuste de la solución propuesta en este trabajo, particularizada para $(a+h)/R = 1$ y $a/c = 1$, comparado con dicha solución.

Tabla 1. Factores de corrección geométricos, F_{a1}

a/c	$\frac{a}{(a+h)}$	$(a+h)/R$					
		0.05	0.2	0.4	0.6	0.8	1.0
0.2	0.05	0.9481	0.9481	0.9481	0.9481	0.9481	0.9481
	0.2	0.9531	0.9543	0.9582	0.9636	0.9695	-
	0.4	0.9834	0.9967	-	-	-	-
	0.6	1.0649	-	-	-	-	-
	0.8	1.2756	-	-	-	-	-
	0.95	1.6545	-	-	-	-	-
0.4	0.05	0.8665	0.8665	0.8665	0.8665	0.8665	0.8665
	0.2	0.8689	0.8694	0.8704	0.8722	0.8744	0.8784
	0.4	0.8871	0.8918	0.9068	0.9285	0.9521	-
	0.6	0.9422	0.9635	1.0347	-	-	-
	0.8	1.0790	1.1586	-	-	-	-
	0.95	1.5754	-	-	-	-	-
0.6	0.05	0.7812	0.7812	0.7812	0.7812	0.7812	0.7812
	0.2	0.7823	0.7825	0.7828	0.7835	0.7844	0.7862
	0.4	0.7942	0.7966	0.8029	0.8136	0.8250	0.841
	0.6	0.8317	0.8421	0.8753	0.9262	0.9822	-
	0.8	0.9405	0.9765	1.1007	1.3091	-	-
	0.95	1.2667	1.3855	1.8561	-	-	-
0.8	0.05	0.7058	0.7058	0.7058	0.7058	0.7058	0.7058
	0.2	0.7067	0.7068	0.7069	0.7072	0.7076	0.7082
	0.4	0.7146	0.7159	0.7191	0.7246	0.731	0.7396
	0.6	0.7413	0.7474	0.7645	0.7927	0.8216	0.8532
	0.8	0.8216	0.8419	0.9063	1.0135	1.1406	-
	0.95	1.0669	1.1293	1.3360	1.7603	-	-
1	0.05	0.6386	0.6386	0.6386	0.6386	0.6386	0.6386
	0.2	0.6388	0.6388	0.6389	0.6391	0.6394	0.6398
	0.4	0.6437	0.6446	0.6463	0.6492	0.6529	0.6582
	0.6	0.6631	0.6671	0.6769	0.6936	0.7108	0.7274
	0.8	0.7239	0.7368	0.7731	0.8347	0.8998	0.9525
	0.95	0.9143	0.952	1.0637	1.2671	1.5391	1.8441

Tabla 2. Factores de corrección geométricos, F_{a2}

a/c	$\frac{a}{(a+h)}$	$(a+h)/R$					
		0.05	0.2	0.4	0.6	0.8	1.0
0.2	0.05	0.9481	0.9481	0.9481	0.9481	0.9481	0.9481
	0.2	0.9521	0.9531	0.9564	0.9608	0.9663	-
	0.4	0.9692	0.9796	-	-	-	-
	0.6	1.0025	-	-	-	-	-
	0.8	1.0436	-	-	-	-	-
	0.95	1.0870	-	-	-	-	-
0.4	0.05	0.8663	0.8663	0.8663	0.8663	0.8663	0.8664
	0.2	0.8679	0.8683	0.8692	0.8705	0.8726	0.8781
	0.4	0.8775	0.8808	0.8917	0.9058	0.9256	-
	0.6	0.8951	0.9101	0.9539	-	-	-
	0.8	0.9214	0.9615	-	-	-	-
	0.95	0.9662	-	-	-	-	-
0.6	0.05	0.7804	0.7804	0.7804	0.7804	0.7804	0.7804
	0.2	0.7815	0.7813	0.7816	0.7823	0.7839	0.7866
	0.4	0.7882	0.7897	0.7941	0.7995	0.8102	0.8414
	0.6	0.8001	0.8059	0.8241	0.8499	0.8890	-
	0.8	0.8191	0.8354	0.8915	0.9675	-	-
	0.95	0.8357	0.8698	1.0040	-	-	-
0.8	0.05	0.7067	0.7067	0.7067	0.7067	0.7067	0.7067
	0.2	0.7071	0.7071	0.7072	0.7074	0.7078	0.7087
	0.4	0.7104	0.7112	0.7131	0.7163	0.7217	0.7402
	0.6	0.7182	0.7213	0.7306	0.7421	0.7637	0.8538
	0.8	0.7304	0.7385	0.7657	0.8001	0.8611	-
	0.95	0.7409	0.7568	0.8129	0.8929	-	-
1	0.05	0.6387	0.6386	0.6386	0.6386	0.6386	0.6386
	0.2	0.6392	0.6392	0.6393	0.6395	0.6398	0.6398
	0.4	0.6409	0.6413	0.6422	0.6439	0.6467	0.6582
	0.6	0.6462	0.6479	0.6527	0.6598	0.6719	0.7274
	0.8	0.6543	0.6589	0.6732	0.6913	0.7237	0.9525
	0.95	0.6584	0.6669	0.6959	0.7296	0.7912	1.8441

Tabla 3. Factores de corrección geométricos, F_c

a/c	$\frac{a}{(a+h)}$	$(a+h)/R$					
		0.05	0.2	0.4	0.6	0.8	1.0
0.2	0.05	0.4221	0.4221	0.4221	0.4221	0.4221	0.4221
	0.2	0.4236	0.4242	0.4260	0.4291	0.4353	-
	0.4	0.4284	0.4363	-	-	-	-
	0.6	0.4377	-	-	-	-	-
	0.8	0.4545	-	-	-	-	-
	0.95	0.4720	-	-	-	-	-
0.4	0.05	0.5477	0.5476	0.5478	0.5478	0.5478	0.5479
	0.2	0.5489	0.5492	0.5499	0.5510	0.5525	0.5559
	0.4	0.5550	0.5578	0.5669	0.5816	0.6100	-
	0.6	0.5666	0.5789	0.6281	-	-	-
	0.8	0.5833	0.6221	-	-	-	-
	0.95	0.6009	-	-	-	-	-
0.6	0.05	0.6057	0.6055	0.6057	0.6057	0.6058	0.6058
	0.2	0.6064	0.6065	0.6068	0.6072	0.6079	0.6098
	0.4	0.6120	0.6135	0.6179	0.6252	0.6349	0.6582
	0.6	0.6235	0.6299	0.6514	0.6870	0.7529	-
	0.8	0.6429	0.6624	0.7376	0.9221	-	-
	0.95	0.6567	0.7067	0.9238	-	-	-
0.8	0.05	0.6314	0.6314	0.6315	0.6315	0.6315	0.6315
	0.2	0.6318	0.6319	0.6320	0.6322	0.6325	0.6333
	0.4	0.6360	0.6370	0.6393	0.6434	0.6492	0.6623
	0.6	0.6464	0.6504	0.6623	0.6820	0.7090	0.7793
	0.8	0.6642	0.6756	0.7153	0.7835	0.9081	-
	0.95	0.6861	0.7099	0.8018	1.0052	-	-
1	0.05	0.6386	0.6386	0.6386	0.6386	0.6386	0.6386
	0.2	0.6389	0.6389	0.6390	0.6392	0.6395	0.6398
	0.4	0.6417	0.6423	0.6436	0.6459	0.6495	0.6582
	0.6	0.6504	0.6531	0.6602	0.6725	0.6889	0.7274
	0.8	0.6660	0.6736	0.6972	0.7367	0.7926	0.9525
	0.95	0.6798	0.6965	0.7487	0.8423	1.0031	1.8441

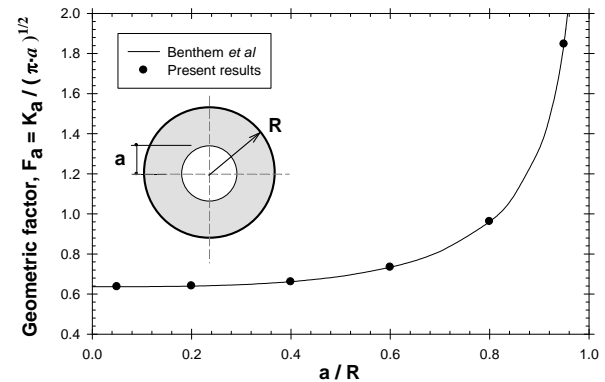


Figura 3. Comparación de la solución actual con la los resultados de Banthem et al [12].

Otra situación utilizada para la validación de las soluciones del FIT propuestas es la correspondiente a la fisura interna elíptica sobre una placa sometida a tracción propuesta por Varfolomeev y Vainshtok [8] e incluida como referencia en la guía FKM [14]. Esta solución sobre placa plana es comparable con la situación particular en la que el radio R de la barra sea muy grande comparado con las dimensiones de la fisura (a y c) y del ligamento (h), y permite, por tanto, verificar la primera columna de las Tablas 1 a 3 correspondientes a tamaños de fisura más ligamento muy pequeño respecto al radio de la pieza, es decir $(a+h)/R=0.05$. La Figura 4 representa el ajuste

obtenido con dicha solución particular para los tres parámetros geométricos.

Hay que hacer notar que la solución de Varfolomeev es sólo válida hasta valores de $a/(a+h) < 0.8$. En el presente trabajo se ha extendido la solución hasta $a/(a+h) = 0.95$ mediante un mallado suficientemente fino que ha permitido obtener el FIT para valores del ligamento h muy pequeños.

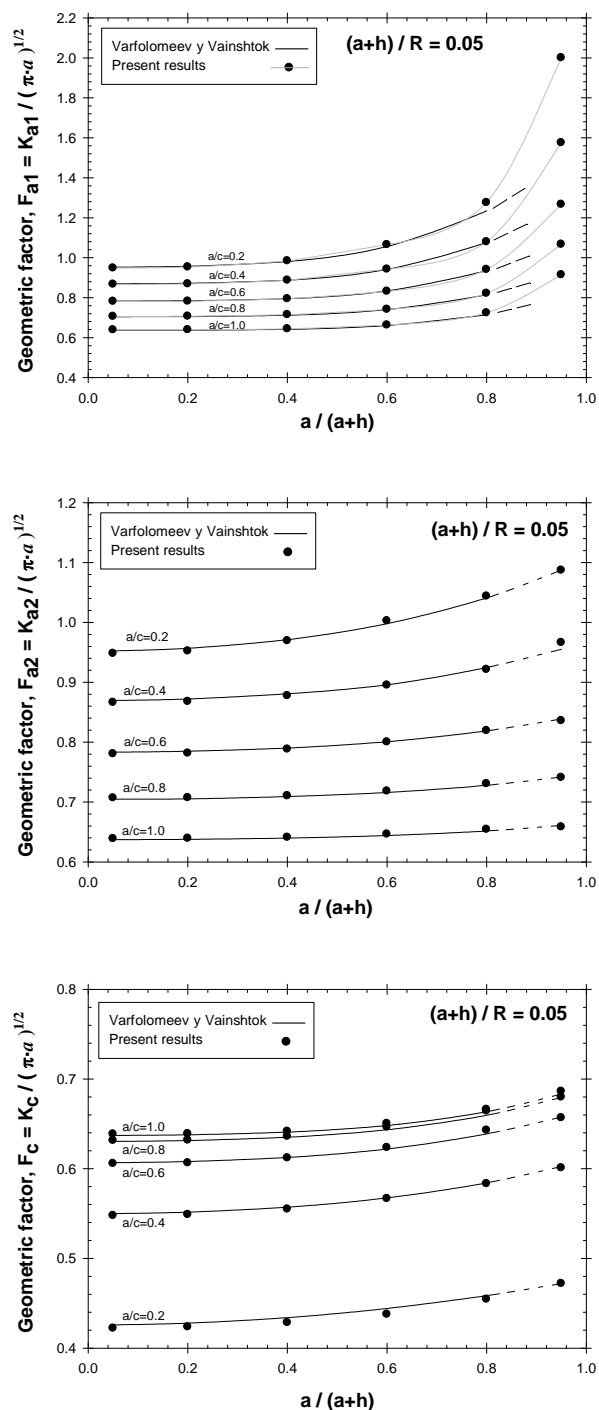


Figura 4. Comparación de la solución actual para $(a+h)/R = 0.05$, con la solución de Varfolomeev y Vainshtok [8]

5. PROPAGACIÓN DE UN DEFECTO INTERNO

Para estudiar el crecimiento por fatiga de un defecto interno, se ha implementado la solución del FIT en un programa que permite efectuar la interpolación de los valores definidos en las Tablas 1 a 3. La metodología parte de un tamaño y posición del defecto inicial ($2a_0, 2c_0, h_0$) y calcula el valor del FIT en los vértices de la elipse (K_{a1}, K_{a2}, K_c). Mediante una ley de propagación tipo Paris se obtiene la nueva posición de dichos vértices después de un determinado número de ciclos o de un avance de control. Una descripción detallada de esta metodología se puede consultar en el trabajo de Lin y Smith [22].

La Figura 5 presenta, a modo de ejemplo, el grado de ajuste que se obtiene con las soluciones del FIT propuestas en este trabajo, para la predicción de los caminos de propagación cuando se parte de un defecto interno en una barra sometida a ciclos de tracción. La probeta es una aleación de Ti6Al4V fabricada mediante fusión selectiva por láser (SLM). El defecto interno crece adquiriendo una forma circular, y en este caso se produce su rotura antes de alcanzar la superficie de la pieza.

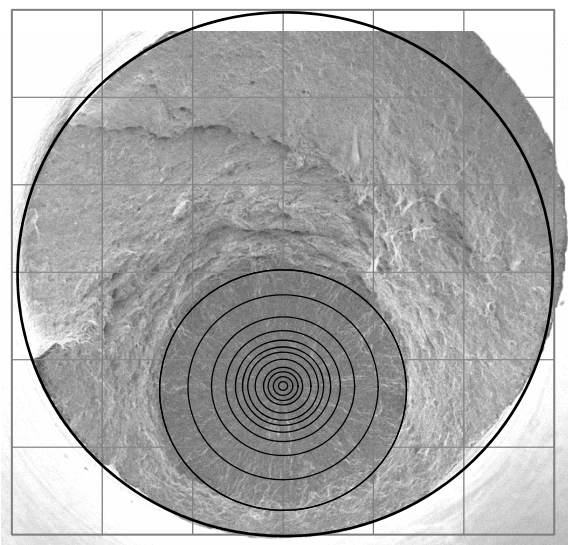


Figura 5. Predicción y ajuste experimental del camino de propagación para un defecto interno.

En otras ocasiones, durante el crecimiento por fatiga de un defecto interno, el ligamento remanente se vuelve progresivamente más delgado hasta que se produce su rotura por colapso plástico. Este fallo del ligamento no siempre es crítico para la integridad general del componente y, en tales casos, la fisura puede seguir su crecimiento por fatiga una vez que el defecto interno se convierte en una grieta superficial. La recategorización de fisuras internas en fisuras superficiales ha sido ampliamente estudiada en el caso de placas y algunas recomendaciones aparecen recogidas en los principales código de diseño, como la BS 7910 [23]. Para la recategorización de una fisura interna en una sección

circular puede asumirse un criterio análogo al utilizado para placas, tal y como se esquematiza en la Figura 6.

Un ejemplo de la propagación de un defecto interno cercano a la superficie que crece hasta hacerse superficial se presenta en la Figura 7. Una vez que la fisura alcanza la superficie se procede a la recategorización del defecto en una nueva fisura superficial semicircular, la cual sigue creciendo hasta que se produce la rotura.

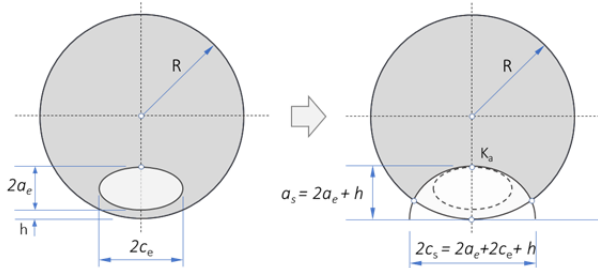


Figura 6. Recategorización de una fisura interna en una fisura superficial de acuerdo con la BS 7910.

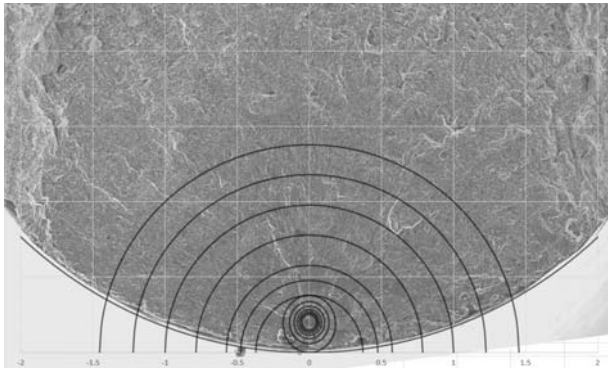


Figura 7. Propagación con recategorización de un defecto interno situado cerca de la superficie.

6. CONCLUSIONES

El presente artículo recoge un conjunto de soluciones para el cálculo del FIT en fisuras elípticas internas para probetas cilíndricas sometidas a tracción. Las soluciones del FIT permiten estudiar el comportamiento en fatiga de este tipo de geometrías cuando el defecto que origina la fisura está situado en el interior de la sección.

En aquellos casos en los que el defecto esté próximo a la superficie la solución aportada permite reproducir el crecimiento hasta que la fisura se hace superficial. A partir de ahí, es necesario efectuar a una recategorización de la fisura, que puede efectuarse de forma similar al efectuado para placas según las recomendaciones de la BS 7910.

AGRADECIMIENTOS

Los autores desean agradecer la financiación recibida a través del proyecto de la JCyL referencia BU-002-P20, cofinanciada con fondos FEDER.

REFERENCIAS

- [1] Y. N. Hu *et al.*, "The effect of manufacturing defects on the fatigue life of selective laser melted Ti-6Al-4V structures," *Mater. Des.*, vol. 192, 2020.
- [2] M. Benedetti, V. Fontanari, M. Bandini, F. Zanini, and S. Carmignato, "Low- and high-cycle fatigue resistance of Ti-6Al-4V ELI additively manufactured via selective laser melting: Mean stress and defect sensitivity," *Int. J. Fatigue*, vol. 107, no. October 2017, pp. 96–109, 2018.
- [3] R. A. Hardin and C. Beckermann, "Prediction of the fatigue life of cast steel containing shrinkage porosity," *Metall. Mater. Trans. A Phys. Metall. Mater. Sci.*, vol. 40, no. 3, pp. 581–597, 2009.
- [4] V. D. Le, N. Saintier, F. Morel, D. Bellett, and P. Osmond, "Investigation of the effect of porosity on the high cycle fatigue behaviour of cast Al-Si alloy by X-ray micro-tomography," *Int. J. Fatigue*, vol. 106, pp. 24–37, 2018.
- [5] A. E. Green and I. N. Sneddon, "The distribution of stress in the neighbourhood of a flat elliptical crack in an elastic solid," *Math. Proc. Cambridge Philos. Soc.*, 1950.
- [6] G. R. Irwin, "Crack-extension force for a part-through crack in a plate," *J. Appl. Mech. Trans. ASME*, 1960.
- [7] I. G. R. Tada H., Paris P.C., *The Stress Analysis of Cracks Handbook*, 3rd ed. Del Research Corporation, Hellertown, 1973.
- [8] I. V. Varfolomeev and V. A. Vainshtok, "Calculation of stress intensity factors of embedded cracks in structural elements," *Strength Mater.*, vol. 20, no. 5, pp. 575–582, 1988.
- [9] J. C. Newman and I. S. Raju, "Stress-intensity factor equations for cracks in three-dimensional finite bodies subjected to tension and bending loads," *NASA Tech. Memo. 85793, Langley Res. Center, Hampton, VA*, no. April 1984, 1984.
- [10] M. Isida and H. Noguchi, "Tension of a plate containing an embedded elliptical crack," *Eng. Fract. Mech.*, vol. 20, no. 3, pp. 387–408, 1984.
- [11] T. Nishioka and S. N. Atluri, "Analytical solution for embedded elliptical cracks, and finite element alternating method for elliptical surface cracks, subjected to arbitrary loadings," *Eng. Fract. Mech.*, vol. 17, no. 3, pp. 247–268, 1983.
- [12] J. P. Benthem and W. T. Koiter, "Asymptotic approximations to crack problems," in *Methods of analysis and solutions of crack problems*, 1973.
- [13] M. Kocak, S. Webster, J. J. Janosch, R. A. Ainsworth, and R. Koers, *FITNET Fitness-for-Service (FFS) Procedure*. 2008.
- [14] B. Pyttel, I. Varfolomeyev, and C. Berger, "FKM-guideline 'fracture mechanics proof of strength for engineering components,'" *Materwiss. Werksttech.*, 2007.
- [15] J. Toribio, N. Álvarez, B. González, and J. C. Matos, "A critical review of stress intensity factor solutions for surface cracks in round bars subjected to tension loading," *Eng. Fail. Anal.*, 2009.
- [16] X. B. Lin and R. A. Smith, "Shape evolution of surface cracks in fatigue round bars with a semicircular circumferential notch," *Int. J. Fatigue*, vol. 21, no. 9, pp. 965–973, 1999.
- [17] A. Carpinteri and R. Brighenti, "FATIGUE PROPAGATION OF SURFACE FLAWS IN ROUND BARS: A THREE-PARAMETER THEORETICAL MODEL," *Fatigue Fract. Eng. Mater. Struct.*, vol. 19, no. 12, pp. 1471–1480, Dec. 1996.
- [18] A. Carpinteri, "Shape change of surface cracks in round bars under cyclic axial loading," *Int. J. Fatigue*, vol. 15, no. 1, pp. 21–26, 1993.
- [19] A. Carpinteri and S. Vantadori, "Surface cracks in round bars under cyclic tension or bending," *Key Eng. Mater.*, 2008.
- [20] C. S. Shin and C. Q. Cai, "Experimental and finite element analyses on stress intensity factors of an elliptical surface crack in a circular shaft under tension and bending," *Int. J. Fract.*, vol. 129, no. 3, pp. 239–264, 2004.
- [21] I. S. Raju and J. C. Newman, "Stress-intensity factors for circumferential surface cracks in pipes and rods under tension and bending loads," in *ASTM Special Technical Publication*, 1986.
- [22] X. B. Lin and R. A. Smith, "Shape growth simulation of surface cracks in tension fatigued round bars," *Int. J. Fatigue*, vol. 19, no. 6, pp. 461–469, 1997.
- [23] BSI, "BS 7910: Guide to methods for assessing the acceptability of flaws in metallic structures," *BSI Stand. Publ.*, 2015.

OPTIMIZACIÓN DEL PERFIL DE TENSIONES RESIDUALES DE SHOT PEENING PARA MEJORAR LA RESISTENCIA A FATIGA

S. Aguado Montero¹, J. Vázquez¹, C. Navarro¹, J. Domínguez¹

¹ Departamento de Ingeniería Mecánica y Fabricación.
Escuela Técnica Superior de Ingeniería, Universidad de Sevilla.
Avenida de los descubrimientos s/n, 41092 Sevilla-España

RESUMEN

En el presente trabajo se analizan numéricamente las condiciones que debe reunir un perfil de tensiones residuales producido mediante *shot peening* o tecnologías similares para optimizar la resistencia a fatiga de un componente. El estudio se realiza desde el punto de vista del diseño tolerante al daño, en el que se asume la presencia de un defecto inicial en el espécimen cuya vida de propagación debe ser simulada. Se analizan casos de fatiga sin presencia de entalla, obteniéndose en cada caso el perfil de tensiones residuales óptimo en función de todos los parámetros físicos y geométricos que describen al componente, sus propiedades y sus condiciones de carga.

PALABRAS CLAVE: Fractura, Fatiga, Tensiones residuales, Optimización, *Shot peening*

ABSTRACT

In this work we study the optimum shape for a residual stress profile in terms of fatigue behaviour. For this task, we assume a generic stress profile qualitatively similar to that produced by shot peening or similar technologies. The analysis is approached from a 'fatigue damage tolerant design' framework in which a certain initial defect is taken into consideration, thus computing specimen's fatigue life via numerical integration of a Paris type crack growth law. The optimum residual stress profile is obtained as a function of geometry, material properties and load conditions.

KEYWORDS: Fracture, Fatigue, Residual stresses, Optimization, Shot peening

1. INTRODUCCIÓN

La fatiga es un fenómeno que se produce cuando un componente se encuentra sometido a cargas fluctuantes en el tiempo y se pone de manifiesto principalmente a través de la aparición de grietas que, bajo las condiciones oportunas, crecen hasta ser causa potencial del fallo de la pieza. El *shot peening* es uno de los muchos tratamientos superficiales que se emplean en la industria para paliar los efectos de la fatiga [1-8], precisamente limitando la aparición de esas condiciones propicias para el crecimiento de las grietas. La generación de un perfil de tensiones residuales de compresión cerca de la superficie es el efecto principal de este tratamiento, aunque el acabado superficial y la dureza cerca de la superficie también se ven alterados [9,10]. El objeto del presente trabajo es analizar el impacto que las tensiones residuales generadas tienen sobre la resistencia a fatiga de un componente, obteniendo suficiente información como para escoger la configuración de tensiones residuales óptima en algunos casos simples, pero de gran interés.

El perfil de tensiones residuales obtenido mediante *shot peening* puede ser modelado mediante una función senoidal con decaimiento exponencial, normalmente denotada por su terminología en inglés *sinusoidal decay function* [11-16]. El uso de esta función permite simplificar el análisis, ya que el perfil de tensiones residuales queda unívocamente caracterizado por cuatro parámetros. Esta función es particularmente válida para modelar el tratamiento superficial de *shot peening*, aunque puede ser empleada para modelar las tensiones residuales producidas por otros tratamientos superficiales, incorporando ligeras modificaciones.

La vida a fatiga de un componente es normalmente la conjunción de dos procesos sustancialmente distintos: iniciación y crecimiento de grieta. En el presente trabajo, asumimos la presencia de un defecto inicial, de manera que la fase de iniciación no es analizada. De esta manera es posible reducir el número de variables que participan en el problema, resultando en un análisis más

comprensible. La cuantificación de la fase de crecimiento de grieta desde este defecto inicial se llevará a cabo mediante la integración de una ley de crecimiento de tipo Paris, que queda definida a través de dos coeficientes C y m . Para un primer análisis, no se considera umbral de crecimiento ni efecto de cierre de grieta.

2. CARACTERIZACIÓN DEL PERFIL DE TENSIONES RESIDUALES

El perfil de tensiones residuales de compresión obtenido mediante un tratamiento superficial de *shot peening* se modela correctamente mediante la ecuación (1).

$$\sigma_{res}(z) = Ae^{-\lambda z} \cos(\omega z + \theta) \tag{1}$$

Se observa que A, λ, ω y θ son 4 parámetros que determinan la configuración de tensiones residuales, mientras que z denota la profundidad medida desde la superficie tratada del componente. Esta función modela correctamente el tramo de tensiones residuales de compresión, por lo que está definida desde la superficie hasta una profundidad en que las tensiones residuales pasan a ser de tracción. Note cómo los 4 parámetros originales de la ecuación (1) no permiten una rápida comprensión del perfil de tensiones residuales que representan. Si se conocen los valores de estos parámetros, es necesario realizar una representación gráfica de las tensiones para hacerse una idea de sus características. Esto sucede porque dichos parámetros tienen un carácter matemático y no están directamente asociados con ninguna magnitud física del perfil de tensiones residuales. Por ello, a continuación, se propone un nuevo conjunto de 4 parámetros: σ_0 representa el valor absoluto de las tensiones residuales en la superficie, σ_{max} representa el máximo valor absoluto de las tensiones residuales, z_{max} señala la profundidad a la que este máximo se produce y z_0 mide la profundidad en la que las tensiones residuales pasan de compresión a tracción. Puede observarse cómo este nuevo conjunto de parámetros describe completamente las principales características del perfil de tensiones residuales. Ambos conjuntos de parámetros guardan una relación entre sí. Las ecuaciones (2-5) permiten obtener el valor de uno de ellos en función del otro.

$$\sigma_{res}(0) = \sigma_0 = A \cos(\theta) \tag{2}$$

$$\left. \frac{\partial \sigma_{res}}{\partial z} \right|_{z_{max}} = -\lambda A e^{-\lambda z_{max}} \cos(\omega z_{max} + \theta) - \omega A e^{-\lambda z_{max}} \sin(\omega z_{max} + \theta) = 0 \tag{3}$$

$$\sigma_{res}(z_{max}) = \sigma_{max} = A e^{-\lambda z_{max}} \cos(\omega z_{max} + \theta) \tag{4}$$

$$\sigma_{res}(z_0) = A e^{-\lambda z_0} \cos(\omega z_0 + \theta) = 0 \tag{5}$$

Es interesante notar que la transformación de unos parámetros en otros no es posible en todas las situaciones. En particular, no existe solución numérica del sistema de ecuaciones cuando el cociente $\frac{z_{max}}{z_0}$ es mayor de aproximadamente 0.545. Esto quiere decir que la ecuación (1) no es capaz de modelar un perfil de tensiones residuales cuyo valor extremo se alcance a una profundidad (z_{max}) mayor de 0.545 veces la profundidad que alcanzan las tensiones residuales de compresión (z_0).

Si empleamos el teorema Π de Vaschy Buckingham, la ecuación (1) puede transformarse en una expresión adimensional que relacione 4 variables adimensionales, ya que originalmente comprende 6 magnitudes con únicamente 2 dimensiones diferentes (A, σ_{res} tienen unidades de tensión, mientras que ω, λ, z tienen unidades de profundidad o su inversa y θ es adimensional). El mismo argumento puede expresarse en términos del nuevo conjunto de parámetros, ya que tanto el número de magnitudes como el de dimensiones permanecen inalterados. Haciendo uso de las ecuaciones (1-5) y del teorema Π , puede obtenerse una expresión que funcionalmente responde al esquema recogido en la ecuación (6). En adelante, las 4 variables adimensionales presentes en dicha ecuación se denotan por $\sigma_{res}^*, z^*, \sigma_0^*$ y z_{max}^* , respectivamente, para simplificar la notación.

$$\frac{\sigma_{res}}{\sigma_{max}} = \frac{\sigma_{res}}{\sigma_{max}} \left(\frac{z}{z_0}, \frac{\sigma_0}{\sigma_{max}}, \frac{z_{max}}{z_0} \right) \tag{6}$$

La figura 1 muestra la relación existente entre ambos conjuntos de parámetros, de manera adimensional, donde se tiene que $\omega^* = \omega z_0$ y $\lambda^* = \lambda z_0$.

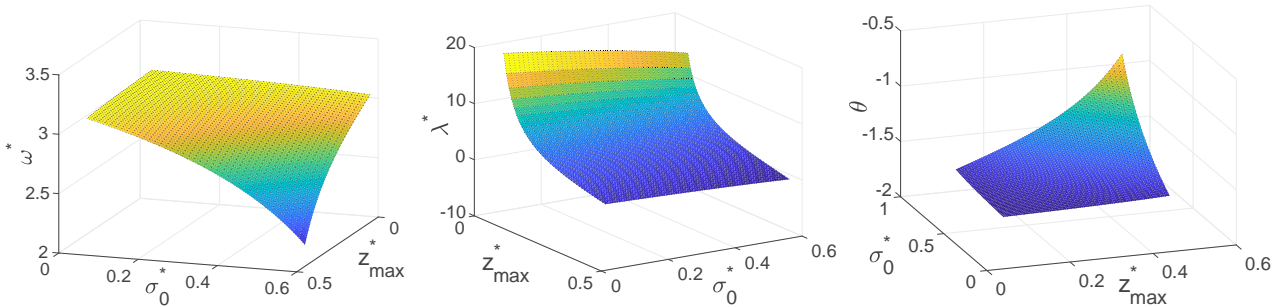


Figura 1. Relación entre ambos conjuntos de parámetros de la función senoidal con decaimiento exponencial.

3. CRITERIO DE OPTIMALIDAD

En el presente análisis, se asume la presencia de un defecto o grieta previamente iniciada en la superficie del componente bajo estudio. Por tanto, únicamente la vida de crecimiento de grieta es tenida en cuenta. Esto se ha realizado mediante integración de una ley de crecimiento de tipo Paris, tal y como se muestra en la ecuación (7). Note que, para este primer análisis, no se han tenido en cuenta efectos de umbral ni de cierre de grieta. El cálculo de los factores de intensidad de tensiones se ha llevado a cabo mediante la metodología de funciones de peso, como se muestra en la ecuación (8).

$$\int_0^{N_f} dN = \int_{a_i}^{a_f} \frac{da}{cK^m} \quad (7)$$

$$K(a) = \int_0^a \sigma(z)w(z, a) dz \quad (8)$$

Donde $w(z, a)$ representa la función de peso correspondiente. Continuando con nuestro análisis dimensional, definimos N^* como la vida a fatiga de un componente sometido a un sistema de cargas y a una cierta configuración de tensiones residuales, adimensionalizada por la misma vida a fatiga calculada sin tener en cuenta la presencia de las tensiones residuales. La vida a fatiga adimensionalizada N^* representa la mejora que las tensiones residuales producen en la resistencia del componente.

Ahora que las principales variables involucradas en el problema han sido introducidas, podemos definir el criterio de optimalidad. Para cada situación que debamos analizar, podemos preguntarnos si existe alguna configuración de tensiones residuales que produzca un factor de intensidad de tensiones negativo para alguna longitud de grieta comprendida entre la longitud inicial y el fallo final. Si la respuesta es negativa, entonces no existe ninguna configuración de tensiones residuales capaz de hacer que la grieta se detenga en algún punto de su crecimiento, por lo que la grieta crecerá y alcanzará inevitablemente el fallo. En este caso, definimos el perfil de tensiones residuales óptimo como aquel que maximiza la vida a fatiga del componente. Si, por el contrario, existe al menos una configuración de tensiones residuales que produzca un factor de intensidad de tensiones negativo para cualquier longitud de grieta mayor que la inicial. Esto puede visualizarse como construir la mayor barrera posible para impedir que la grieta pueda alcanzar el fallo final.

La figura 2 muestra un ejemplo del criterio de optimalidad en el caso en que el factor de intensidad de tensiones se hace negativo. En la figura se observan cuatro curvas diferentes, dos de ellas (en línea discontinua) muestran dos posibles ubicaciones del valor

extremo (z_{max}), mientras que las otra dos (línea continua) muestran la evolución de los factores de intensidad de tensiones en modo I para una configuración de amplitud de carga constante superpuesta a cada uno de los perfiles de tensiones residuales. Note que ambos perfiles de tensiones residuales producen eventualmente un factor de intensidad de tensiones negativo, por lo que la grieta no debería ser capaz de crecer hasta el fallo final bajo ninguna de las dos configuraciones. Más aún, la configuración con $z_{max} = 30 \mu m$ (en azul), ni siquiera permitiría a la grieta crecer desde su configuración actual, mientras que la configuración con $z_{max} = 90 \mu m$ (en naranja) arroja inicialmente un valor de factor de intensidad de tensiones positivo, por lo que la grieta crecería unos $10 \mu m$ antes de detenerse, al encontrarse con un valor negativo de K_I . Desde este punto de vista, podría pensarse que la primera configuración es deseable, ya que impide todo crecimiento de grieta. Sin embargo, puede observarse que la segunda configuración representa una barrera de mayor magnitud, es decir, si considerásemos la posibilidad de algún tipo de perturbación sobre el sistema, esta segunda configuración sería más robusta. Al ser menor el mínimo factor de intensidad de tensiones, la perturbación requerida para atravesar la región en la que se producen K_I negativos es mayor. Es por ello que la configuración con $z_{max} = 90 \mu m$ será considerada como más próxima a la configuración óptima.

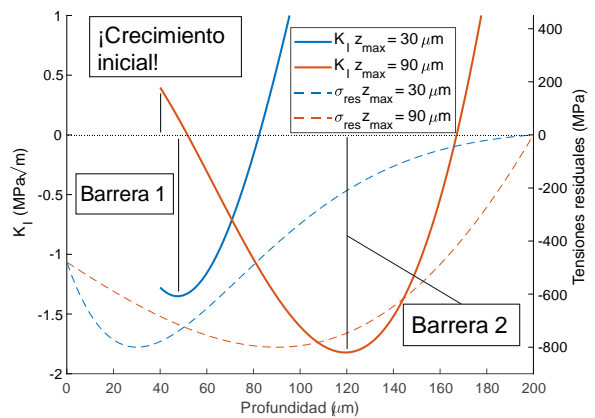


Figura 2. Dos configuraciones posibles de tensiones residuales, con distinto valor de z_{max} . Se muestran los factores de intensidad de tensiones (modo I) resultantes en función de la longitud de grieta. $\sigma = 640 \text{ MPa}$, $a_i = 40 \mu m$, $z_0 = 200 \mu m$, $\sigma_{max} = 800 \text{ MPa}$, $\sigma_0 = 480 \text{ MPa}$.

4. APLICACIÓN A UN CASO DE FATIGA SIN ENTALLA

En esta sección, se analiza el comportamiento a fatiga de un componente plano, considerado como semiinfinito, que contiene una grieta pasante superficial de longitud a_i , sometido a una carga fluctuante de amplitud constante σ , con relación de carga $R = -1$. La función de peso empleada fue extraída de [17]. El objetivo es obtener

suficiente información como para determinar el perfil de tensiones residuales óptimo para el espécimen, es decir, se debe determinar el valor de los parámetros adimensionales que caracterizan la configuración de tensiones residuales, σ_0^* y z_{max}^* . Considere la siguiente adimensionalización de la tensión aplicada $\sigma^* = \sigma/\sigma_{max}$ y de la longitud de grieta inicial $a_i^* = a_i/z_0$.

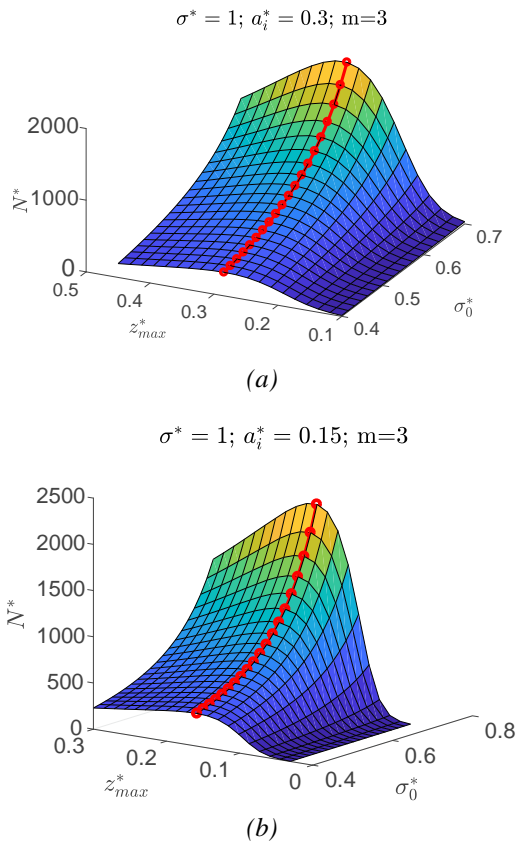


Figura 3. Vida a fatiga adimensional en función de las variables adimensionales que determinan el perfil de tensiones residuales, para dos longitudes iniciales de grieta a_i^* distintas. Se muestra en rojo la curva que determina los extremos relativos de las curvas $\sigma_0^* = cte$.

Inicialmente nos centraremos en aquellas situaciones en que los factores de intensidad de tensiones son estrictamente positivos, es decir, en lo que denominaremos régimen de vida finita. Considere los resultados mostrados en las figuras 3a y 3b, donde se observa la vida a fatiga adimensional (la mejora en la resistencia del componente gracias a las tensiones residuales) en función de las variables de optimización, z_{max}^* y σ_0^* , para dos valores distintos de grieta inicial, a_i^* . Puede apreciarse que la vida adimensional presenta una evolución monótona creciente con respecto a σ_0^* , independientemente del valor que tome z_{max}^* . Por otro lado, si σ_0^* se mantiene constante y se modifica z_{max}^* , entonces es posible encontrar un valor extremo marginal en el que la vida adimensional se maximiza. Además, el valor óptimo de z_{max}^* presenta una dependencia despreciable frente a σ_0^* , mientras que la longitud inicial de la grieta tiene un efecto considerable, como puede

apreciarse al comparar ambas figuras. Estas consideraciones nos permiten afirmar que las dos variables de optimización, z_{max}^* y σ_0^* , pueden desacoplarse en el régimen de vida finita, transformando el problema original de optimización respecto a dos variables en dos problemas separados de optimización monovariable. Más aún, la optimización con respecto a σ_0^* puede realizarse de manera directa, al menos en el régimen de vida finita, ya que la vida adimensional aumenta monótonamente al aumentar σ_0^* , por lo que esta magnitud debe mantenerse tan alta como sea tecnológicamente posible.

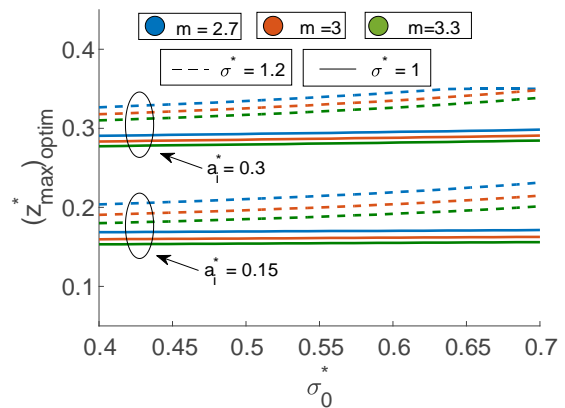


Figura 4. Dependencia del valor óptimo de z_{max}^* con respecto al resto de variables del problema, en el régimen de vida finita.

Continuando con el análisis del régimen de vida finita, la figura 4 permite apreciar la dependencia del valor óptimo de z_{max}^* con todas las variables del problema, a saber: σ^* , σ_0^* , a_i^* y m . Puede confirmarse que, tal y como se mostraba en las figuras 3a y 3b, la dependencia con respecto a σ_0^* es muy pequeña. De la misma manera, el exponente de la ley de crecimiento, m , tiene un efecto poco significativo. Por el contrario, la tensión aplicada, σ^* , y la longitud inicial de grieta, a_i^* , tienen un impacto notable en el valor óptimo de z_{max}^* .

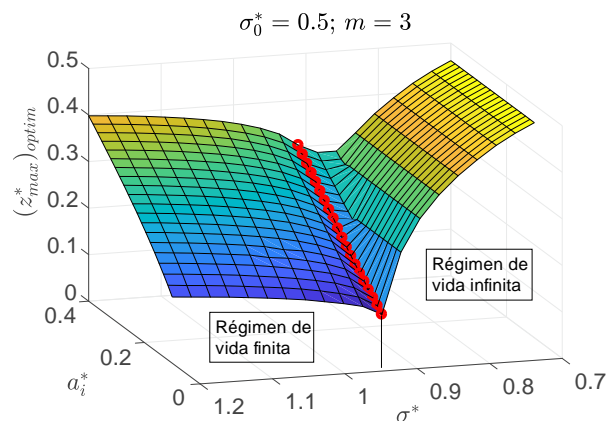


Figura 5. Resultado de la optimización con respecto a z_{max}^* , en función de a_i^* y σ^* , en regímenes de vida finita e infinita.

La figura 5 muestra la evolución del valor óptimo de z_{max}^* como función de σ^* y a_i^* . Se incluye por primera vez el régimen de vida infinita, que será analizado más adelante. Note cómo la separación entre un régimen y otro se produce para un nivel de tensión remota $\sigma^* \approx 0.95$. Este valor no depende significativamente de ninguno de los parámetros del problema, por lo que dicho nivel de carga separa las situaciones en las que las grietas son capaces de crecer desde su configuración inicial hasta el fallo final, de aquellas otras en las que el factor de intensidad de tensiones pasa en algún momento a ser negativo y las grietas se paran. El primero de los casos, el régimen de vida finita, que se muestra a la izquierda del diagrama, ha sido comentado en los párrafos anteriores y ofrece, por tanto, pocas sorpresas. Puede confirmarse una relación prácticamente lineal con la longitud inicial de grieta a_i^* , así como una dependencia importante, aunque menor, con la tensión remota aplicada σ^* . El segundo caso, el régimen de vida infinita, se muestra a la derecha del diagrama. Claramente presenta un comportamiento sustancialmente diferente del régimen de vida finita. En primer lugar, cabe mencionar una importante dependencia del valor óptimo de z_{max}^* con respecto a la tensión remota aplicada, σ^* , dependencia significativamente mayor que la observada en el otro régimen. Además, resulta llamativa la nula dependencia que existe con respecto a la longitud de grieta inicial, a_i^* , (salvo en la pequeña zona de transición entre uno y otro régimen) que era la variable principal en el caso de vida finita.

Para completar el análisis del régimen de vida infinita, la figura 6 muestra la dependencia del valor óptimo de z_{max}^* con σ^* y σ_0^* . Note que la dependencia con el exponente m no se contempla porque en este régimen no existe crecimiento de grieta, no siendo de aplicación la ley de Paris. La dependencia con a_i^* también ha sido despreciada a la vista de los resultados mostrados en la figura anterior. Observamos nuevamente una notable diferencia con respecto al régimen de vida finita, ya que la tensión residual en la superficie del componente (σ_0^*) tiene una influencia significativa en el resultado de la optimización.

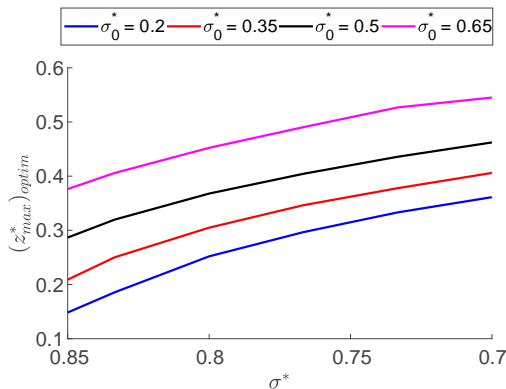


Figura 6. Resultado de la optimización con respecto a z_{max}^* , en función de σ^* y σ_0^* , en el régimen de vida infinita.

5. CONCLUSIONES

En el presente trabajo, se han modelado las tensiones residuales producidas por el tratamiento *shot peening* mediante una función senoidal con decaimiento exponencial, o *sinusoidal decay function*. Para facilitar la implementación y la comprensión del análisis, se ha definido un nuevo conjunto de cuatro parámetros [$\sigma_0, \sigma_{max}, z_{max}, z_0$] para sustituir a los originales [$A, \lambda, \omega, \theta$]. Estos nuevos parámetros tienen una magnitud física directamente asociada al perfil de tensiones residuales, lo que simplifica la interpretación de resultados. Ambos conjuntos de parámetros han sido relacionados matemáticamente con éxito, existiendo una relación biunívoca entre ellos. Por otro lado, se ha obtenido una versión adimensional del perfil de tensiones residuales, lo que permite reducir aún más las variables de análisis.

Se ha definido un doble criterio de optimalidad, atendiendo a las múltiples posibilidades que el comportamiento de las grietas ofrecía. En aquellos casos en que los factores de intensidad de tensiones tomaban valores negativos y las grietas no alcanzaban el fallo final, se ha implementado una estrategia de minimización del factor de intensidad de tensiones, generando una configuración lo más robusta posible para impedir con garantías el crecimiento de la grieta hasta el fallo. Por el contrario, en aquellas situaciones en que las grietas alcanzaban inevitablemente el fallo, la vida a fatiga ha sido maximizada. Los análisis han mostrado que la transición entre ambos regímenes de comportamiento, esto es, regímenes de vida finita e infinita, se produce para un valor de tensión remota aplicada $\sigma^* \approx 0.95$, independientemente del resto de parámetros del problema.

En el régimen de vida finita, se ha demostrado que la resistencia de un componente plano con una grieta pasante inicial de longitud a_i aumenta monótonamente al incrementar σ_0^* . Por otro lado, en el régimen de vida infinita, un aumento de σ_0^* y, por lo tanto, de las tensiones de compresión aplicadas a la pieza, no pueden sino ayudar a minimizar el factor de intensidad de tensiones que permitirá frenar el crecimiento de la grieta. Por tanto, consideramos que las tensiones residuales de compresión en la superficie del componente (σ_0^*) deben mantenerse tan altas (en valor absoluto) como sea tecnológicamente posible.

La optimización de la resistencia del componente con respecto a z_{max}^* muestra notables diferencias en los distintos regímenes de comportamiento. En el caso de vida finita, z_{max}^* es una función de la longitud inicial de grieta a_i^* y, en menor medida, de la tensión remota aplicada σ^* . En el caso de vida infinita, z_{max}^* depende principalmente de la tensión remota aplicada σ^* y de la tensión residual en la superficie σ_0^* . El exponente de la ley de crecimiento m no ha demostrado tener gran influencia en el régimen de vida finita, mientras que su

efecto es nulo en el régimen de vida infinita, ya que no se contempla crecimiento de grieta alguno.

AGRADECIMIENTOS

Proyecto con referencia US-1263182, financiado por el Fondo Europeo de Desarrollo Regional (FEDER), Consejería de Economía, Conocimiento, Empresas y Universidad de la Junta de Andalucía, dentro del programa operativo FEDER 2014-2020.

REFERENCIAS

- [1] Renzhi, W. Effect of residual-stresses of shot peening on the fatigue behavior of a high-strength steel. *Fatigue of Engineering Materials and Structures* 1979; 2:413-418
- [2] Was GS, Pelloux RM. The Effect of shot peening on the fatigue behavior of alloy 7075-T6. *Metall TransA* 1979;10:656-8
- [3] Niku-Lari A. Influence of Residual Stresses Introduced by Shot Peening Upon the Fatigue Life of Materials. *Exp Tech* 1983;7:21-5
- [4] Sridhar BR, Ramachandra K, Padmanabhan KA. Effect of shot peening on the fatigue and fracture behaviour of two titanium alloys. *J Mater Sci* 1996;31:5953-60
- [5] Ji S, Roberts K, Fan Z. Effect of shot peening on fatigue performance of ductile iron castings. *Mater Sci Technol* 2002;18:193-7
- [6] Benedetti M, Fontanari V, Santus C, Bandini M. Notch fatigue behaviour of shot peened high-strength aluminium alloys: Experiments and predictions using a critical distance method. *Int J Fatigue* 2010;32:1600-11
- [7] Klotz T, Delbergue D, Bocher P, L_evesque M, Brochu M. Surface characteristics and fatigue behavior of shot peened Inconel 718. *Int J Fatigue* 2018;110:10-21
- [8] Martín V, Vázquez J, Navarro C, Domínguez J. Fretting-Fatigue Analysis of Shot-Peened Al 7075-T651 Test Specimens. *Metals (Basel)* 2019;9:586
- [9] Martín V, Vázquez J, Navarro C, Domínguez J. Effect of shot peening residual stresses and surface roughness on fretting fatigue strength of Al 7075-T651. *Tribol Int* 2020;142:106004
- [10] Vázquez J, Navarro C, Domínguez J. Experimental results in fretting fatigue with shot and laser peened Al 7075-T651 specimens. *Int J Fatigue* 2012;40:143-53
- [11] Tan L, Yao C, Zhang D, Ren J. Empirical modeling of compressive residual stress profile in shot peening TC17 alloy using characteristic parameters and sinusoidal decay function. *Proc Inst Mech Eng Part B J Eng Manuf* 2018;232:855-66
- [12] Crococo D, Cristofolini L, Bandini M, Freddi A. Fatigue strength of shot-peened nitrided steel: optimization of process parameters by means of design of the experiment. *Fatigue Fract Eng Mater Struct* 2002;25:695-707
- [13] Hill MR, Pistochini TE, DeWald AT. Optimization of residual stress and fatigue life in laser peened components. *Int. Conf. Shot Peen.*, 2005.
- [14] Llana V, Belzunce FJ. Optimal Shot Peening Treatments to Maximize the Fatigue Life of Quenched and Tempered Steels. *J Mater Eng Perform* 2015;24:2806-15
- [15] Wang X, Wang Z, Wu G, Gan J, Yang Y, Huang H, et al. Combining the finite element method and response surface methodology for optimization of shot peening parameters. *Int J Fatigue* 2019;129:105231
- [16] Ulutan, D and Arisoy, YM and Ozel, T and Mears, Laine. Empirical modeling of residual stress profile in machining nickel-based superalloys using the sinusoidal decay function. *Procedia CIRP* 2014; 13; 365-370
- [17] Sih, C.M., *Handbook of Stress Intensity Factors*. Lehigh University (1973) ZHAO, W.; WU, X. R.; YAN, M. G. Weight function method for three dimensional crack problemsII. Application to surface cracks at a hole in finite thickness plates under stress gradients. *Engineering fracture mechanics*, 1989, vol. 34, no 3, p. 609-624.

INFLUENCIA DEL TIEMPO DE REVENIDO EN LA TENACIDAD A FRACTURA DE UN ACERO 42CrMo4 PRECARGADO CON HIDROGENO

A. Zafra¹, V. Arniella¹, G. Álvarez¹, J. Belzunce¹, C. Rodríguez¹

¹ Grupo de investigación SIMUMECAMAT, cristina@uniovi.es
Escuela Politécnica de Ingeniería de Gijón, Edificio de Energía, 33203, Gijón

RESUMEN

El objetivo de este trabajo es seleccionar el grado del acero 42CrMo4 más adecuado para fabricar productos para aplicaciones energéticas que trabajen con hidrógeno gaseoso a elevada presión. Por tanto, se ha estudiado la influencia del tiempo de revenido en la susceptibilidad al fenómeno de fragilización por hidrógeno de este acero. Se han realizado ensayos de tenacidad a la fractura utilizando probetas compactas precargadas con hidrógeno a presión (a 19.5 MPa y 450°C durante 21 horas). Utilizando microscopía electrónica de barrido se identificaron los micromecanismos de fractura operativos. Además, para mejorar la comprensión del fenómeno de atrapamiento del hidrógeno, que tiene lugar en las diferentes microestructuras estudiadas, se han combinado las técnicas de desorción térmica y de permeación electroquímica.

Todos los grados del acero estudiado han sufrido una reducción considerable de la tenacidad a la fractura (del 50% en el mejor de los casos), identificándose en todos ellos micromecanismos de fractura frágiles, desencadenados por la presencia de hidrógeno. Esta fragilización está correlacionada con la capacidad de las microestructuras para atrapar hidrógeno, ya que aquellos grados con menor coeficiente de difusión y mayor capacidad de absorción de hidrógeno fueron los más susceptibles a este fenómeno.

PALABRAS CLAVE: Fragilización por hidrógeno, tenacidad a la fractura, permeación de hidrógeno, 42CrMo4, tratamientos térmicos, micromecanismos de fallo.

ABSTRACT

This work aims to find the most suitable 42CrMo4 steel grade for working in energetic applications dealing with high pressure hydrogen gas. On this context, the influence of the tempering time on hydrogen sensitivity of 42CrMo4 steel quenched and tempered at 600°C was investigated. Fracture toughness compact tensile (CT) specimens were thus pre-charged with gaseous hydrogen in a pressurized reactor at 19.5 MPa and 450°C for 21 hours and tested afterwards in air. The fracture micromechanisms were subsequently identified using scanning electron microscopy. In addition, in order to have a better knowledge of hydrogen trapping phenomena in these grades, thermal desorption analysis and electrochemical hydrogen permeation techniques were also employed.

It was demonstrated that all the studied steel grades have suffered a significant hydrogen embrittlement, being the fracture toughness drop, at best, around 50%. In addition, brittle fracture micromechanisms, associated to hydrogen decohesion phenomena were present to a lesser or greater degree in all the range of studied tempering times. This behaviour seems to be closely correlated to the hydrogen trapping capability of the steel, as those steels with lower diffusion coefficient and higher hydrogen absorption capacity were the most susceptible to hydrogen embrittlement.

KEYWORDS: Hydrogen embrittlement, fracture toughness, hydrogen permeation, 42CrMo4, heat treatments, failure micromechanisms

1. INTRODUCCIÓN

La acuciante necesidad de sustituir los típicos combustibles fósiles por fuentes de energía alternativas, con menor impacto ambiental, está impulsando el desarrollo de tecnologías, muy especialmente en el caso de los medios de transporte, que utilicen hidrógeno como combustible. Por tanto, debido a un potencial aumento de

la demanda de este gas, se han de destinar numerosos esfuerzos al diseño de sistemas de distribución y almacenamiento eficientes, que operen a elevadas presiones, hasta 100 MPa.

En este contexto, la selección de materiales idóneos para la fabricación de tuberías, depósitos y demás componentes necesarios, que trabajen en presencia de

hidrógeno gaseoso a elevadas presiones de forma segura juega un papel fundamental. El uso de aceros estructurales de bajo coste, templados y revenidos para proporcionar una tenacidad a la fractura adecuada, representa la opción más atractiva. Sin embargo, se conoce que los aceros ferríticos de media-alta resistencia, son especialmente susceptibles al fenómeno de fragilización por hidrógeno (FPH) [1].

Los átomos de hidrógeno, debido a su pequeño tamaño, son capaces de difundir a través de los intersticios de la red del hierro, y ser retenidos en determinados defectos microestructurales como dislocaciones o intercaras internas de diversa índole, conocidos como trampas de hidrógeno. Además, las zonas próximas a una entalla o grieta, dónde se desarrolla una elevada tensión hidrostática, actúan también como sumideros de hidrógeno. Cuando se alcanzan concentraciones de hidrógeno suficientemente elevadas, el hidrógeno es capaz de reducir la energía necesaria para producir la descohesión de las intercaras entre las laminas martensíticas (DLM) e incluso favorecer la fractura intergranular (IG), en un mecanismo conocido como descohesión favorecida por hidrógeno, o HEDE por sus siglas en inglés [2].

En un trabajo previo ya se ha demostrado el impacto negativo del hidrógeno en la tenacidad a la fractura del acero 42CrMo4 templado y revenido a diferentes temperaturas [3], siendo el grado revenido a 700°C durante 2h el que mejor comportamiento presentaba. Además, como en la fabricación de depósitos y tuberías es preciso realizar uniones soldadas, el tratamiento térmico de revenido ha de realizarse muchas veces sobre el componente una vez ensamblado, que puede alcanzar grandes dimensiones. Por lo tanto, optimizar el tratamiento térmico de revenido, y evaluar el tiempo necesario para alcanzar valores de resistencia y tenacidad óptimos es una necesidad real.

En base a lo anteriormente expuesto, el objetivo de este trabajo es analizar la influencia del tiempo de revenido, utilizando una temperatura de revenido intermedia de 600°C, en la tenacidad a fractura del acero 42CrMo4 en presencia de hidrógeno interno.

2. PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL

2.1. Acero y tratamientos térmicos

La composición química del acero 42CrMo4 estudiado se recoge en la Tabla 1.

Tabla 1. Composición química (% en peso) del acero 42CrMo4.

C	Cr	Mo	Mn	Si	Cu	V
0.42	0.98	0.22	0.62	0.18	0.02	0.01

Con el objetivo de estudiar la influencia de la duración del tratamiento de revenido en el fenómeno de fragilización por hidrógeno, chapas de 125x250 mm y 12

mm de espesor fueron austenizadas a 845°C durante 40 minutos, templadas en agua y revenidas a 600°C durante diferentes tiempos: 30 minutos, 2 horas, 24 horas y 7 días.

Los grados obtenidos se caracterizaron mediante medidas de dureza Vickers HV30 (carga de 30 kg durante 15 s) y ensayos de tracción sobre probetas estándar cilíndricas de 5 mm de diámetro.

2.2. Carga de hidrógeno

Las probetas empleadas en este trabajo se cargaron con hidrógeno gaseoso en un reactor a presión disponible en las instalaciones del centro tecnológico Idonial, en Avilés, Asturias. Con este fin, las probetas permanecieron en contacto con el hidrógeno gaseoso durante 21 h a 450°C bajo una presión de 19.5 MPa. Para la extracción de las mismas, se aplicó siempre una rampa de enfriamiento de 1 h hasta unos 80°C, durante la que se mantuvo constante la presión (19.5 MPa) para intentar minimizar la salida de hidrógeno de las probetas. De cualquier manera, en esta etapa tiene lugar siempre una pérdida significativa de hidrógeno. Una vez extraídas las probetas del reactor, se mantuvieron en nitrógeno líquido (-196°C) hasta el momento de su ensayo.

2.3. Medidas del contenido de hidrógeno

El equipo utilizado para medir la concentración total de hidrógeno en las probetas fue el analizador de hidrógeno LECO DH603. Ya que el método de extracción del hidrógeno de las muestras se basa en la desorción térmica, estas se mantuvieron a 1100°C durante 6 minutos. Estos ensayos se realizaron sobre pinos cilíndricos de 10 mm de diámetro y 30 mm de longitud cargados con hidrógeno gaseoso en el reactor a presión.

2.3. Ensayos de permeación de hidrógeno

Con el fin de evaluar la difusividad del hidrógeno en la microestructura de los diferentes aceros estudiados, se llevaron a cabo ensayos electroquímicos de permeación de hidrógeno. Para ello se utilizó un sistema de doble celda como el que se muestra en la Figura 1. Ambas celdas están separadas por la muestra objeto de ensayo, una lámina fina cuyo espesor se encontraba entre 0.8 y 1 mm. El área de la probeta expuesta al flujo de hidrógeno fue de 1.3 cm².

En la celda catódica (1M de H₂SO₄ y 0.25g/l de As₂O₃), a la izquierda, se genera hidrógeno mediante polarización catódica, aplicando una corriente eléctrica que en este caso fue de 0.5 mA/cm². Los átomos de hidrógeno son absorbidos en la superficie de la membrana de acero y difunden a través de su microestructura hasta llegar a la celda anódica (0.1 M NaOH), a la derecha, donde se oxidan dando lugar a una corriente de oxidación, también llamada corriente de permeación de hidrógeno, J_p. El equipo de adquisición de datos utilizado fue un

potenciostato PalmSens4 que permite medir corrientes desde 100 pA hasta 10 mA.

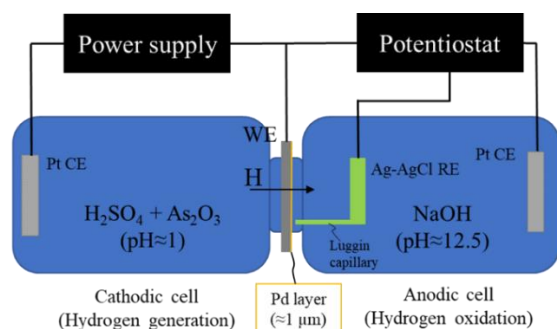


Figura 1. Celda de permeación de hidrógeno

Para evitar la oxidación del hierro en la cara anódica, y registrar únicamente la corriente de oxidación del hidrógeno, es necesario depositar electrolíticamente una fina capa de Pd en la cara anódica de la probeta, que no afecta a la difusión de hidrógeno. Más detalles de este procedimiento pueden encontrarse en [4]. Finalmente, el cálculo del coeficiente de difusión aparente, D_{app} , se llevó a cabo mediante el método del t_{lag} a partir de la curva J_p vs. tiempo, siguiendo las indicaciones la norma ASTM G148-97.

2.4. Ensayos de tenacidad a la fractura $J-\Delta a$

La caracterización a fractura se realizó empleando probetas compactas (CT) de 48 mm de ancho y 12 mm de espesor. Partiendo de una profundidad de entalla inicial $a_n=20$ mm, las probetas fueron preagrietadas mediante fatiga ($R=0.1$ y $f=10$ Hz), siguiendo la norma ASTM E1820, hasta conseguir una relación de longitud de grieta/ancho, $a/W=0.5$. Posteriormente, fueron entalladas lateralmente para obtener un espesor neto en la zona de la entalla, $B_n=10$ mm.

Los ensayos se realizaron en una máquina de ensayos dinámicos MTS dotada de una célula de carga de 100 kN y se utilizó un extensómetro MTS tipo COD. La medida del crecimiento de la grieta en el curso del ensayo se llevó a cabo con la ayuda del extensómetro realizando descargas parciales y utilizando el método de la flexibilidad. Por otro lado, el valor de J en cada descarga se calculó como suma de sus componentes elástica y plástica. La primera se determinó a partir del factor de intensidad de tensión, K , y la segunda integrando el área debajo del gráfico carga-desplazamiento del punto de carga.

Se obtuvieron de este modo las curvas de resistencia $J-\Delta a$ y la tenacidad a la fractura medida en el inicio del crecimiento de la grieta, $J_{0.2/BL}$, que se define como el valor de J para el que tiene lugar un crecimiento real de la grieta de 0.2 mm (teniendo en cuenta el enromamiento del frente de la grieta, a través de la línea de enromamiento o “blunting line”).

Los ensayos sin hidrógeno se realizaron bajo una velocidad de desplazamiento nominal de 1 mm/min, mientras que en el caso de las probetas con hidrógeno interno se empleó una velocidad 100 veces menor, 0.01 mm/min, para dar tiempo suficiente para la acumulación de hidrógeno en el frente de grieta y maximizar la fragilización [1]. De esta forma, estos ensayos se realizaron en las condiciones más desfavorables.

Para evaluar la disminución de la tenacidad a la fractura, se ha utilizado el índice de fragilización ($IF(J_{0.2/BL})$), cuya expresión se muestra en la Ecuación 1. Este parámetro varía entre 0 ($J_{0.2/BL-H} = J_{0.2/BL}$, no hay fragilización alguna) y 1 ($J_{0.2/BL-H} = 0$, fragilización máxima).

$$IF(J_{0.2/BL})[\%] = \frac{J_{0.2/BL} - J_{0.2/BL-H}}{J_{0.2/BL}} \cdot 100 \quad (1)$$

2.5. Observación microestructural y de las superficies de fractura

Tanto las superficies de fractura como la microestructura resultante del tratamiento térmico se analizaron haciendo uso de un microscopio electrónico de barrido (MEB) JEOL-JSM5600, situado en los Servicios Científico Técnico de la Universidad de Oviedo.

3. RESULTADOS

3.1. Microestructuras y propiedades a tracción

En las Figuras 2 (a) y (b) se muestran las microestructuras del acero 42CrMo4 templado y revenido a 600°C durante 30 min y 7d, respectivamente. Los otros dos grados estudiados (2 y 24h) muestran morfologías microestructurales intermedias. De cualquier manera, en todos los casos la microestructura es martensita revenida.

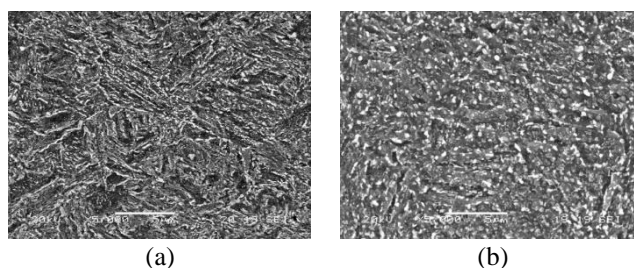


Figura 2. Microestructura del acero 42CrMo4 templado y revenido a 600°C durante (a) 30 min y (b) 7d. SEM, 5000x.

La principal diferencia microestructural entre estos aceros es que al aumentar el tiempo de revenido la acicularidad de la martensita disminuye. Los carburos, que para tiempos de revenido bajos son alargados/angulosos y han precipitado a lo largo de las intercaras entre las martensitas, se rompen, globulizan, crecen y se distribuyen de forma más homogénea al aumentar el tiempo de revenido. Además, es de esperar también, que las tensiones internas, así

como la densidad de dislocaciones sean menores para tiempos de revenido más largos [5].

Esta homogeneización y relajación microestructural se traduce en una disminución de la dureza (HV30) y de la resistencia, así como en un incremento de la ductilidad, como se muestra en la Tabla 2.

Tabla 2. Dureza HV30 y propiedades a tracción de los aceros estudiados

Duración Revenido	HV30	σ_{ys} [MPa]	σ_{uts} [MPa]	A [%]	Z [%]
30 min	332	1020	1107	12.5	49.5
2h	304	880	985	14.6	55.4
24h	280	827	920	15.8	51.8
7d	247	713	791	19.6	57.3

3.2. Solubilidad y difusividad del hidrógeno

En la Tabla 3 se recoge el contenido de hidrógeno, C_H , medido sobre pines cilíndricos cargados con hidrógeno gaseoso a elevada presión y temperatura. En la misma tabla también se incluye el coeficiente de difusión aparente de hidrógeno, D_{app} , determinado mediante ensayos de permeación de hidrógeno.

Tabla 3. Contenido de hidrógeno (C_H) y coeficiente de difusión aparente del hidrógeno (C_{app})

Duración Revenido	HV30	C_H [ppm]	D_{app} [m^2/s]
30 min	332	1.4	5.4×10^{-11}
2h	304	1.3	7.7×10^{-11}
24h	280	0.5	1.1×10^{-10}
7d	247	0.5	1.3×10^{-10}

Se observa que los aceros revenidos durante menos tiempo (30 min y 2h), han absorbido aproximadamente el doble de cantidad de hidrógeno que los dos aceros revenidos durante tiempos más largos (24h y 7d). Esto concuerda con la evolución del coeficiente de difusión aparente, que muestra un aumento progresivo con el tiempo de revenido. Estos resultados se pueden explicar en virtud de la mayor dureza, y por lo tanto mayor densidad de dislocaciones (principal trampa de hidrógeno en estos aceros [4]) existente en los aceros revenidos durante menos tiempo.

3.3. Ensayos de tenacidad a la fractura J- Δa

Los resultados obtenidos en los ensayos de fractura llevados a cabo sobre probetas CT sin hidrógeno y con hidrógeno interno, se resumen en la Tabla 4, que incluye la duración del ensayo, el contenido de hidrógeno al inicio del mismo, C_H , el valor de la tenacidad a fractura, $J_{0.2/BL}$, y el índice de fragilización asociado.

Así mismo, en la Figura 3 se comparan las curvas J- Δa de los 4 aceros, obtenidas sin hidrógeno (1 mm/min) y con hidrógeno a 0.01 mm/min.

Tabla 4. Resultados de los ensayos de tenacidad a la fractura realizados con probetas CT sin hidrógeno (1mm/min) y pre-cargadas con hidrógeno (0.01mm/min)

Duración Revenido	t_{ensayo} [h]	C_H [ppm]	$J_{0.2/BL}$ [kJ/m^2]	EI($J_{0.2/BL}$) [%]
30 min	0.3	-	368	-
	1.4	1.0	11	97
2h	0.4	-	292	-
	2.6	1.3	66	77
24h	0.4	-	474	-
	4.9	0.5	211	55
7d	0.5	-	519	-
	8.8	0.4	257	50

Para poder diferenciar las curvas con mayor claridad se han agrupado los dos aceros revenidos durante menos tiempo en la Figura 3a y los revenidos durante más tiempo en la Figura 3b (la escala es la misma para poder compararlas). En ellas se evidencia el efecto perjudicial del hidrógeno sobre la tenacidad a la fractura en los cuatro aceros.

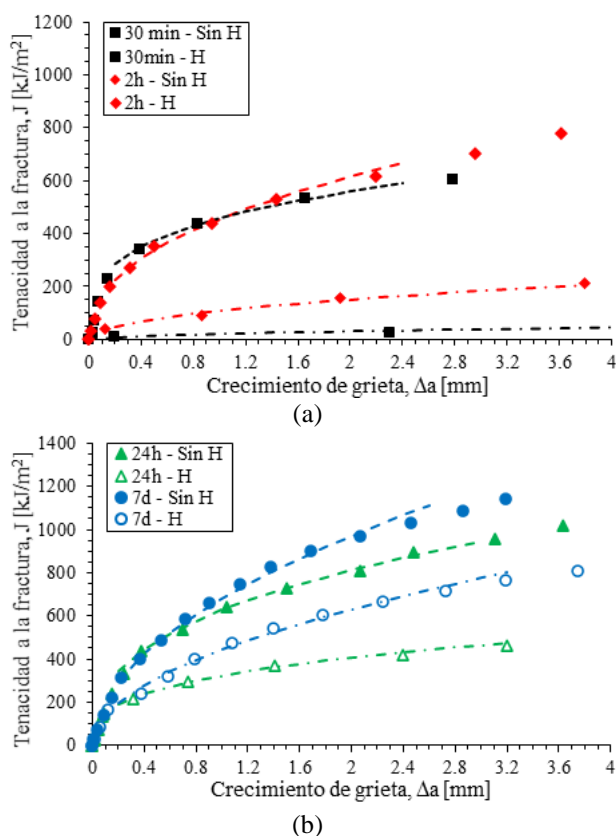


Figura 3. Curvas J- Δa correspondientes a probetas CT ensayadas sin H (1 mm/min) y con H (0.01 mm/min). Tiempo de revenido de (a) 30 min y 2h y (b) 24h y 7d

En la Figura 4 se muestra gráficamente cómo el efecto del hidrógeno tiende a descender al aumentar el tiempo de revenido. De hecho, la disminución del parámetro $J_{0.2/BL}$ fue del 97% para el acero revenido durante 30 minutos mientras que en el acero revenido 24h esta reducción descende al 55%. Es interesante mencionar

que para tiempos mayores de 24h no parece haber una mejora significativa de la tenacidad en presencia de hidrógeno, siendo el índice de fragilización del 50% para el acero revenido durante 7 días. Por lo tanto, parece que no resultaría eficiente aplicar revenidos tan largos.

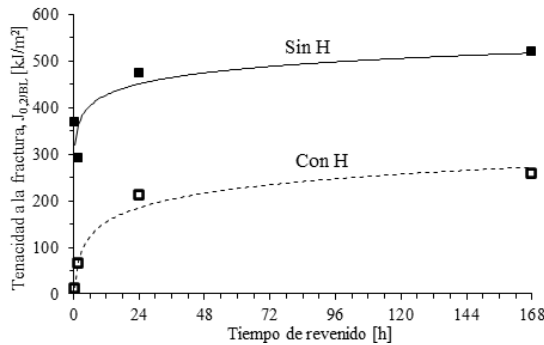


Figura 4. Influencia del hidrógeno interno y del tiempo de revenido del acero en la tenacidad a la fractura $J_{0.2BL}$.

El deterioro observado en la tenacidad a la fractura a causa del hidrógeno está íntimamente relacionado con los micromecanismos de fallo identificados en las superficies de fractura, que se indican en la Tabla 4 (tanto en la zona de iniciación del crecimiento de la grieta como en la de propagación).

Tabla 4. Micromecanismos de fractura operativos en las probetas CT ensayadas sin hidrógeno (1mm/min) y pre-cargadas con hidrógeno (0.01mm/min)

Duración Revenido	C_H [ppm]	Micromecanismos de fractura	
		Iniciación	Propagación
30 min	-	CMH	
	1.0	DLM+IG	
2h	-	CMH	
	1.3	DLM+IG	
24h	-	CMH	
	0.5	DLM+IG (700 μm)	CMH+DLM
7d	-	CMH	
	0.4	DLM (300 μm)	CMH+DLM

En primer lugar, cabe mencionar que el micromecanismo de fractura operativo en las probetas ensayadas sin hidrógeno interno fue, en todos los aceros, de tipo dúctil a lo largo de toda la superficie de fractura (tanto en la región de iniciación como en la de propagación), caracterizado por la coalescencia de microhuecos, CMH.

Las superficies de fractura de los aceros ensayados con hidrógeno interno a 0.01 mm/min se muestran en las Figuras 5 y 6 bajo diferentes aumentos. Empezando por los aceros que presentaron un mayor índice de fragilización, revenidos durante 30 minutos y 2h, cabe mencionar que los micromecanismos de fractura operativos fueron similares. Como se observa en la Figura 5 para el acero revenido 30 minutos, el micromecanismo de fractura que tuvo lugar en toda la extensión de la grieta (tanto en la fase de iniciación como

en la de propagación), fue una combinación de dos mecanismos: (I) descohesión a lo largo de las intercaras de las laminas martensíticas, DLM, descrito anteriormente por autores como Nagao et al. [2] y (II) descohesión a lo largo de los bordes de grano o también conocido como fractura intergranular, IG. En cualquier caso, ambos micromecanismos son manifestaciones de un mecanismo de descohesión desencadenado por el hidrógeno conocido como HEDE (Hydrogen-enhanced decohesion).

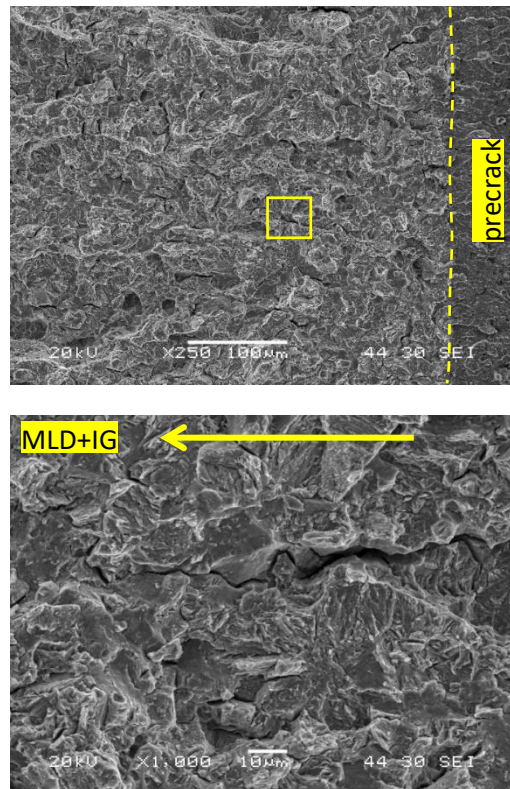


Figura 5. Superficie de fractura del acero revenido durante 30 minutos y ensayado con hidrógeno interno a 0.01 mm/min (arriba visión general y abajo detalle). La flecha indica la dirección de propagación de la grieta.

Por otro lado, en concordancia con su similar índice de fragilización, los micromecanismos de fractura operativos en los aceros revenidos durante 24h y 7d también fueron similares. Así, en la figura 6 se muestra la superficie de fractura correspondiente al acero revenido durante 24h y ensayado con hidrógeno interno. En este caso, se observan dos zonas claramente diferenciadas, la zona de iniciación del crecimiento de grieta, de unos 700 μm , en la que el micromecanismo de fractura operativo ha sido la descohesión de las intercaras entre las laminas martensíticas, DLM (también se han detectado indicios de fractura intergranular), seguida de la zona de propagación, donde ha tenido lugar un micromecanismo de fractura mixto, en el que predomina la coalescencia de microhuecos, CMH, aunque también se observaban regiones aisladas de DLM. Como se observa en la Tabla 4, la principal diferencia observada en el acero revenido durante más tiempo (7 días), es que la extensión de la zona de iniciación se reduce a 300 μm .

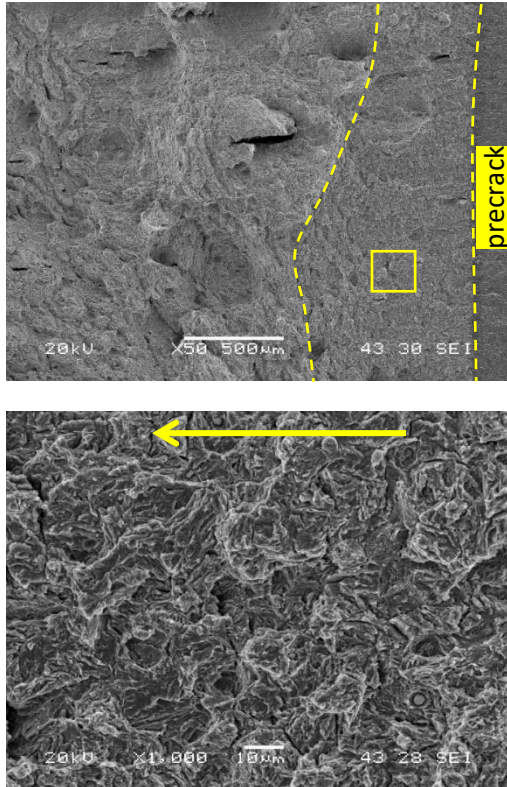


Figura 6. Superficie de fractura del acero revenido durante 24h y ensayado con hidrógeno interno a 0.01 mm/min (arriba visión general y abajo detalle de la zona de iniciación)

Finalmente, en la Figura 7 se observa como el índice de fragilización de la tenacidad a la fractura, $IF(J_{0.2/BL})$, disminuye progresivamente al aumentar el coeficiente de difusión aparente, D_{app} , que, a su vez, es inversamente proporcional a la densidad de trampas de hidrógeno, es decir a la densidad de dislocaciones.

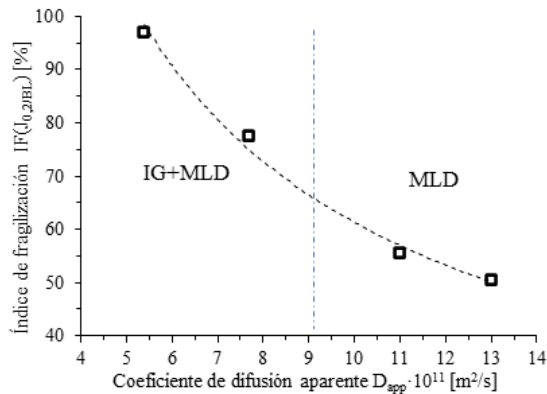


Figura 7. Relación entre $IF(J_{0.2/BL})$ y D_{app}

El aumento de la densidad de dislocaciones da lugar a una concentración inicial de hidrógeno mayor, al ser trampas efectivas en las que los átomos de hidrógeno quedan atrapados de modo reversible, es decir, se trata de un hidrógeno móvil capaz de acumularse en la región de proceso situada en el frente de la grieta y de promover, por lo tanto, la fragilización. Es evidente entonces que cuanto mayor sea la densidad de dislocaciones de un

acero, mayor será su susceptibilidad a este fenómeno. Aparte de una mayor densidad de trampas, los aceros revenidos durante tiempos cortos tienen también un mayor límite elástico, lo que provoca que la magnitud de las tensiones hidrostáticas desarrolladas en el frente de grieta sea mucho mayor. De esta manera, la concentración local de hidrógeno en esta región puede alcanzar un valor muy elevado y desencadenar los mecanismos de fractura mostrados, asociados a la fragilización por hidrógeno.

CONCLUSIONES

La presencia de hidrógeno interno ha provocado una disminución de la tenacidad a la fractura, que ha sido significativamente mayor en los aceros revenidos durante menos tiempo, con mayor límite elástico. Así mismo, se han detectado cambios en los mecanismos de fractura operativos, de dúctil (CMH) a frágil (DLM e IG). Estos resultados se justifican en virtud del menor coeficiente de difusión, y por lo tanto mayor densidad de trampas de hidrógeno (principalmente dislocaciones), y el mayor límite elástico de los aceros menos revenidos, que favorecen una mayor acumulación de hidrógeno en la región de proceso del frente de grieta.

AGRADECIMIENTOS

Los autores desean agradecer la financiación recibida del Ministerio de Ciencia, Innovación y Universidades en el marco del proyecto RTI2018-096070-B-C31 (H2steelweld) y A. Zafra su contrato dentro del programa “Severo Ochoa” financiado por el Principado de Asturias dentro del proyecto PA-18-PF-BP17-038.

REFERENCIAS

- [1] M Nagumo, Fundamentals of hydrogen embrittlement. 2016.
- [2] A. Nagao, M. Dadfarnia, B.P. Somerday, P. Sofronis and R.O. Ritchie, Hydrogen-enhanced-plasticity mediated decohesion for hydrogen induced intergranular and “quasi cleavage” fracture of lath martensitic steels. J. Mech. Phys. Solids 112 (2018) 403-430.
- [3] A. Zafra, L.B. Peral, J. Belzunce and C. Rodríguez, Effects of hydrogen on the fracture toughness of 42CrMo4 steel quenched and tempered at different temperatures, Int. J. Press. Vessel. Pip. 171 (2019) 34-50
- [4] A. Zafra, L.B. Peral and J. Belzunce, Hydrogen diffusion and trapping in a 42CrMo4 quenched and tempered Steel: Influence of tempering temperature. Int. J. Hydrogen Energy 45, 55 (2020) 31225-31242.
- [5] G. Krauss, Martensite in Steel: Strength and structure, Mater. Sci. Eng. A 273, 275 (1999) 40-57

LAS INCLUSIONES Y SU POSIBLE INFLUENCIA SOBRE EL COMPORTAMIENTO ANISÓTROPO EN FRACTURA DE ALAMBRES DE ACERO PERLÍTICO TREFILADO SOMETIDOS A SOLICITACIONES DE TRACCIÓN

Francisco Javier Ayaso, Beatriz González, Rocío Rodríguez y Jesús Toribio

Grupo de Investigación en Fractura e Integridad Estructural (GIFIE) Universidad de Salamanca (USAL)
Campus Viriato, Avda. Requejo 33, 49022 Zamora, España. Correo-e: fja@usal.es

RESUMEN

En este artículo se realiza un estudio sobre la posible influencia que pueden tener las inclusiones presentes en el acero perlítico trefilado sobre el comportamiento en fractura del mismo. La identificación de las inclusiones se ha realizado mediante técnicas de microscopía electrónica de barrido (MEB), haciendo dicho estudio extensivo a diferentes etapas del trefilado (alambres con distinto grado de trefilado). Las técnicas microscópicas permiten además el estudiar la evolución de las propias inclusiones a lo largo del proceso conformación plástica del acero perlítico, así como la observación de los micro-daños que se generan en torno a las mismas durante la elaboración del alambre de acero de pretensar (trefilado). El objetivo se centra en poder establecer una posible relación causa-efecto entre las inclusiones presentes en los aceros y el comportamiento en fractura de los alambres de acero cuando éstos son sometidos a solicitaciones de tracción hasta fractura por separación total de superficies.

PALABRAS CLAVE: acero perlítico, trefilado, inclusiones.

ABSTRACT

In this paper an identification of the inclusions presents in progressively drawn pearlitic steel, by means of Scanning Electronic Microscope (SEM) techniques, is performed. The study is extensive to all the steps of the manufacturing process (wires with different cold drawing degree). In addition to that, the work contains an analysis about the inclusions' evolution through the cold drawing process and about the micro-damage generated around those. The main object is focused in to be able to find a possible cause-and-effect relationship between the inclusions and the fracture behaviour of the wires during tensile testing till fracture.

KEYWORDS: pearlitic steel, cold drawn, inclusions.

1. INTRODUCCIÓN

El papel que juegan las inclusiones en los aceros ha recibido una considerable atención por parte de la comunidad científica, desde estudios en cuanto a la optimización de técnicas metalográficas para una mejor observación de las inclusiones [1], a la elaboración de modelos para la creación del microdaño que se forma en torno a las mismas [2,3], modelos que relacionan la distribución espacial de inclusiones de sulfuro de manganeso (SMn) y la distribución espacial de los huecos que éstas provocan [4], o la determinación del volumen fraccional de inclusiones en el acero [5].

Otro punto de amplio interés científico es el estudio del comportamiento en fatiga de aceros estructurales prestando atención al efecto de las inclusiones existentes en el acero sobre su comportamiento en fatiga, ya sea en ambiente inerte [6,7] o en ambiente de hidrógeno [8,9]. Estudios más recientes [10-14] versan sobre el cómo afectan las inclusiones de SMn y determinados óxidos a la formación de fisuras por fatiga

en aceros perlíticos destinados a formar parte de railes y ruedas para ferrocarril. En estos artículos el estudio se centra en factores influyentes tales como: la composición, la geometría, la localización y el factor de forma de las inclusiones. En cuanto al inicio de la fisuración por fatiga existe cierta controversia, puesto que ciertos estudios, como los de Zhao Li *et. al.* [14], demuestran que dicha fisuración comienza en inclusiones del tipo óxidos y no en las del tipo SMn. Sin embargo, estudios de Tao Cong *et. al.* [13] demuestran todo lo contrario (si bien es cierto que ambos estudios difieren en cuanto al tamaño de las inclusiones consideradas).

Niclas Ånmark *et. al.* [15] hacen una revisión amplia (artículo con 69 referencias) sobre los efectos que presentan las características de inclusiones no metálicas (morfología y composición principalmente) en la aptitud de aceros de bajo contenido en carbono (< 0.5%C) para ser mecanizados. En el estudio se comparan también diferentes modelos existentes para la modificación y control de las inclusiones en estado líquido (colada),

para así obtener un acero fácilmente mecanizable pero que mantenga unas adecuadas propiedades mecánicas tales como: *la tenacidad de impacto, la ductilidad, la soldabilidad, el desgaste, ...*

Wei Yang *et. al.* [16,17] hacen una revisión de diversos métodos para mejorar la deformabilidad de inclusiones originalmente del tipo frágil (Al_2O_3 , $MgO \cdot Al_2O_3$), las cuales son muy perjudiciales para el producto final del trefilado de hilos muy finos de acero perlítico (wire cords, wire strand and saw wire Steel). Estos hilos muy finos, con un diámetro < 0.5 mm, pueden presentar problemas durante su trefilado (o después en servicio) si el acero tiene presentes inclusiones frágiles de gran tamaño. Los autores proponen métodos para mejorar la deformabilidad de dichas inclusiones (ya que es muy difícil eliminarlas por completo) y que así sean capaces de soportar el proceso de fabricación sin afectar notablemente a sus propiedades mecánicas finales.

En el presente artículo se va a realizar un estudio de la posible influencia de las inclusiones existentes sobre el comportamiento en fractura que muestran aceros perlíticos con distinto grado de trefilado y distinta composición química. Los aceros se han estudiado mediante técnicas metalográficas, y de tracción simple (para conocer su comportamiento en fractura). El objetivo fundamental es el encontrar una posible relación entre el daño microestructural, creado por la presencia de inclusiones, y el comportamiento isótropo/anisótropo en fractura que muestran los alambres de acero.

2. MATERIALES

Los materiales empleados han sido aceros perlíticos trefilados correspondientes a procesos reales de fabricación. Se han estudiado 5 tipos o familias 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 un proceso de trefilado con 7 hileras de trefilar. A lo largo del presente artículo, cada alambre de acero en particular se denotará con una letra indicando el tipo o familia del acero (colada) seguida de un número que indica el grado de trefilado, *i.e.*, por cuantas hileras ha pasado el acero.

La composición química de cada acero se indica en la tabla 1, mientras que en la tabla 2 se indican los diámetros de los alambres así como la deformación plástica acumulada ϵ^p_{acum} durante el proceso de trefilado para cada tipo de acero en particular. En cuanto a la respuesta mecánica de los aceros gracias al proceso de trefilado, ésta se traduce en un incremento progresivo del límite elástico σ_Y y de su resistencia σ_R conforme aumenta la deformación plástica acumulada en cada una de las hileras del trefilado (véase la figura 1).

Tabla 1. Composición química de los aceros.

	A	B	C	D	E
% C	0.80	0.789	0.79	0.795	0.789
% Mn	0.69	0.698	0.670	0.624	0.681
% Si	0.23	0.226	0.20	0.224	0.21
% P	0.012	0.011	0.009	0.011	0.010
% S	0.009	0.005	0.009	0.008	0.008
% Al	0.004	0.003	0.003	0.003	0.003
% Cr	0.265	0.271	0.187	0.164	0.218
% V	0.06	0.078	0.053	0.064	0.061

Tabla 2. Diámetros finales (alambre de pretensar) y deformación plástica acumulada de los distintos aceros.

	A	B	C	D	E
\varnothing (mm)	6,98	7,00	5,03	3,97	5,04
ϵ^p_{acum}	1,10	1,10	1,46	1,54	1,57

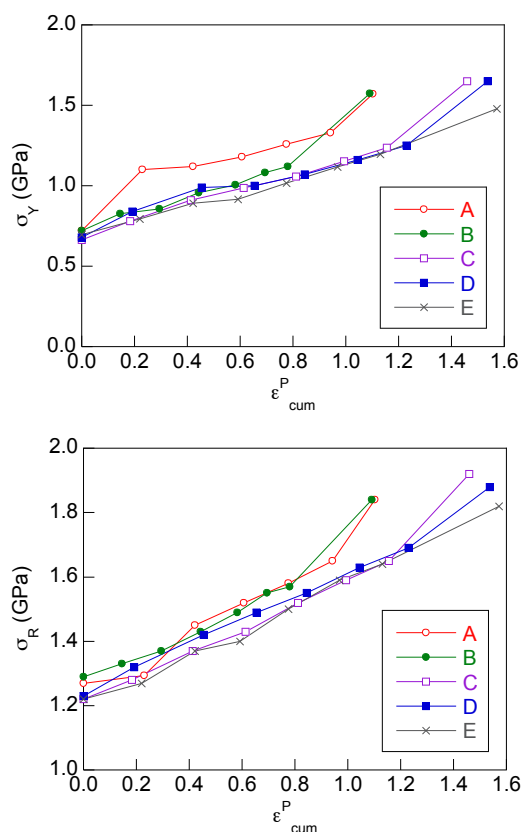


Figura 1. Evolución del límite elástico (arriba) y de la resistencia a tracción (abajo) con el trefilado.

3. ANÁLISIS MATERIALOGRÁFICO

3.1. Observación metalográfica

Para la observación metalográfica de los distintos aceros estudiados [18] se procedió a extraer unas muestras representativas de todos los alambres mediante cortes transversales al eje longitudinal de los mismos: en forma de pequeñas muestras cilíndricas de 10 mm 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, de forma que las micro-fotografías mostradas en éste

trabajo están siempre orientadas con su lado vertical en la dirección axial correspondiente al eje longitudinal de los alambres (dirección del trefilado).

De forma general se han encontrado partículas de segunda fase (inclusiones) similares para los cinco tipos de acero estudiados [18]: inclusiones a base de sulfuro de manganeso SMn (de apariencia mate, con formas irregulares), óxidos de silicio SiO_2 y alúmina Al_2O_3 (de apariencia brillante y con formas más regulares) tal y como se representa en la figura 2.

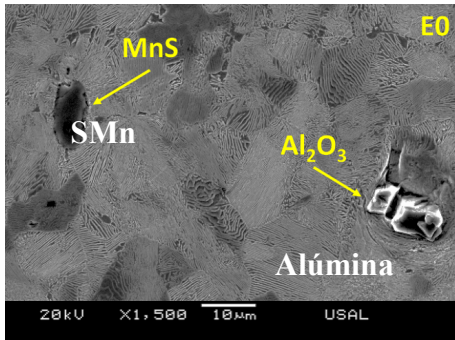


Figura 2. Partículas de 2^{as} fases en un alambroón.

3.2. Las inclusiones durante el proceso de trefilado

En trabajos anteriores presentados en el GEF [18-19] se recoge una información más detallada sobre las inclusiones encontradas en los aceros estudiados. Para las cinco familias de acero analizadas en el presente artículo, se ha visto que las inclusiones encontradas en los aceros se pueden dividir en dos grupos: (i) *sulfuros* que admiten cierta deformación plástica (SMn) y, por lo tanto, se deforman en la dirección del trefilado (eje del alambre), y (ii) inclusiones a base de *silicatos* y *óxidos* (de Al, Si, Fe,...), comparativamente más frágiles que las anteriores, las cuales se rompen a medida que aumenta el grado de deformación plástica del acero durante el trefilado al pasar el alambre por las distintas hileras de trefilar. En la figura 3 se pueden ver inclusiones encontradas en distintas secciones longitudinales de los alambroones iniciales (alambres sin trefilar, libres de deformación plástica y obtenidos mediante laminación en caliente). En dicha figura se observa que las inclusiones se encuentran perfectamente adheridas a la matriz metálica (perlítica) que las rodea, si bien una de ellas se encuentra parcialmente fracturada, fractura la cual se debió producir durante la laminación en caliente.

Una vez que el alambroón es introducido en la cadena del trefilado, éste pasa a través de varias hileras de trefilar de una forma continua, por lo que adquiere paulatinamente una deformación plástica ϵ^p que además de producir variaciones en cuanto a la apariencia externa del alambre (aumento de su longitud y disminución del diámetro), produce unas modificaciones microestructurales en el material, tales como: aumento de la densidad de dislocaciones,

disminución del espaciado interlaminar y orientación progresiva de las colonias y láminas de perlita en la dirección longitudinal del trefilado.

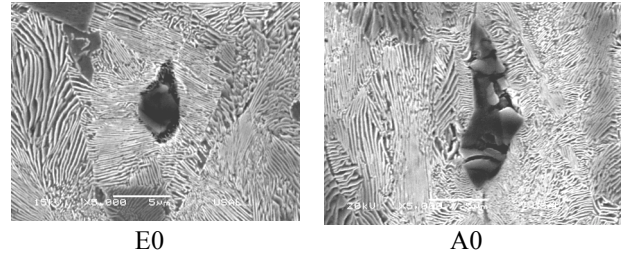


Figura 3. Inclusiones en la sección longitudinal de un alambroón: óxidos (izqda.) y sulfuros (dcha.).

Con relación a este último punto cabe señalar lo que le ocurre a las inclusiones o partículas de segundas fases existentes en el acero durante el proceso del trefilado. En la figura 4 se representa la microestructura perlítica de un acero medianamente trefilado, *i.e.*, que ha pasado por dos y por cuatro hileras de trefilar (figura 4 izqda. y dcha. respectivamente). Se puede observar que las inclusiones se han fracturado al pasar a través de las hileras de trefilar (por causa de la gran compresión periférica) creando una pequeña fisura a su alrededor, puesto que la matriz metálica que rodea a las inclusiones puede soportar mayor deformación plástica.

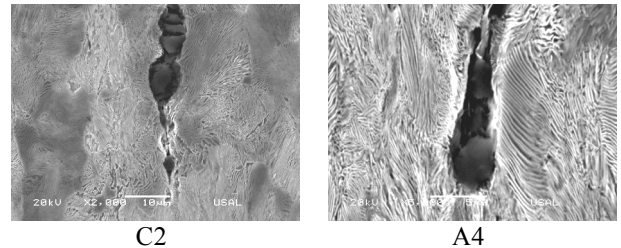


Figura 4. Inclusiones en aceros C2 y A4: dos y cuatro pasos de trefilado respectivamente.

Cabe señalar que el acero tipo E es el que presenta un mayor número de inclusiones y de mayor tamaño. Esto provoca que la densidad de defectos microestructurales provocados por las mismas sea de mayor cuantía. A modo de ejemplo considérese la figura 5, en la cual se puede apreciar el tamaño y proximidad de los defectos creados por las inclusiones.

En cuanto al acero de pretensado, que ha pasado a través de todo el proceso de trefilado, se ha observado que las fisuras generadas en torno a las inclusiones son mucho más esbeltas (en la dirección longitudinal del alambre) que para el resto de los aceros con menor grado de trefilado. En la figura 6 se representan dos microfisuras paralelas creadas en torno a las inclusiones en un acero de pretensado comercial (una vez superado el proceso del trefilado). La figura 7 se muestra la sección longitudinal de un alambre de acero de pretensado D7 en la cual se aprecia una densidad elevada del microdaño generado por las inclusiones durante el trefilado.

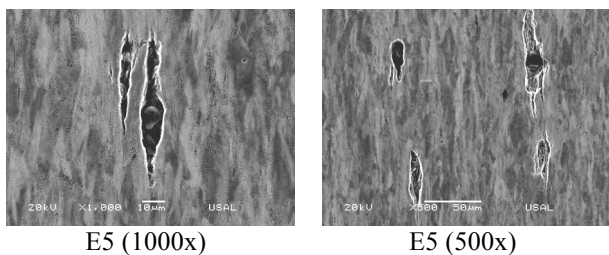


Figura 5. Microfisuración en torno a las inclusiones en un acero que ha pasado por cinco pasos de hilera.

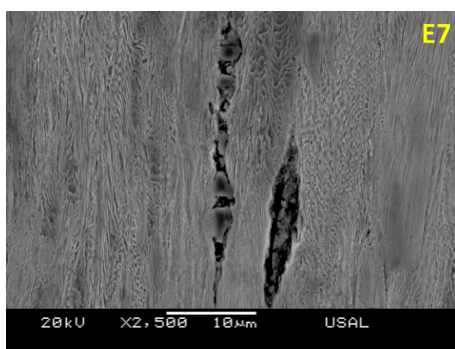


Figura 6. Fisuras paralelas en un acero de pretensado comercial creadas durante el proceso de trefilado.

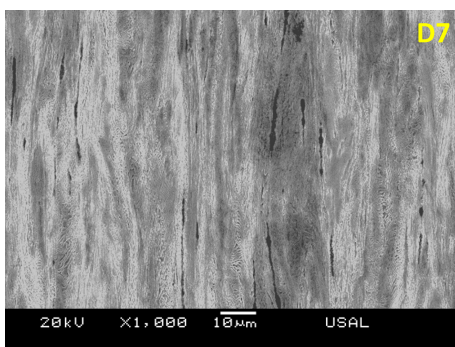


Figura 7. Múltiples microfisuras alineadas en la dirección longitudinal de un alambre de pretensado.

4. DISCUSIÓN

Una de las líneas de investigación del Grupo de Investigación en Fractura e Integridad Estructural de la Universidad de Salamanca [GIFIE]_{USal} centra la atención sobre el comportamiento anisótropo en fractura que muestran los aceros perlíticos trefilados correspondientes a las últimas etapas del proceso de fabricación. En estos aceros se puede observar que la superficie de fractura está contenida en planos muy distintos a la superficie transversal de los alambres cuando éstos son ensayados bajo solicitaciones de tracción hasta fractura, tanto sobre alambres lisos como entallados [18,20,21,22]. En el presente trabajo se tratan únicamente alambres lisos, correspondientes a todas las etapas del trefilado, que son ensayados bajo condiciones de tracción simple. El resultado de su comportamiento en fractura puede verse con más detalle en [20]. Para los aceros débilmente trefilados (correspondientes a las primeras hilera del proceso) la superficie de fractura se

encuentra contenida en un plano totalmente transversal al eje longitudinal del alambre y muestra una superficie de aspecto liso (figura 8 izda.), *i.e.*, comportamiento isótropo en fractura. Para los alambres correspondientes a los últimos pasos del trefilado (fuertemente trefilados), éstos muestran una superficie de fractura irregular y contenida en planos muy diferentes al transversal (figura 8 dcha.), *i.e.*, comportamiento anisótropo en fractura en forma de múltiples valles y crestas en la superficie de fractura [20].

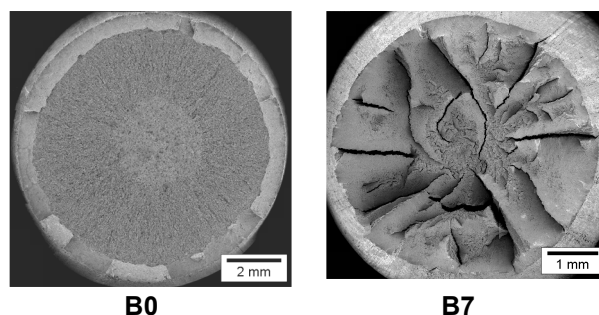


Figura 8. Superficies de fractura de un alambraón (izqda.) y de un alambre de pretensado (dcha.).

En un alambraón (acero 0, libre de deformación plástica provocada por el trefilado) las colonias de perlita están dispuestas al azar y las inclusiones se encuentran muy unidas a la matriz metálica que las rodea (figuras 2 y 3). A medida que aumenta el grado de trefilado las inclusiones se despegan de la matriz perlítica, formándose en su entorno un vacío en forma de microfisura, la cual tiene una forma alargada en la dirección longitudinal del alambre (dirección del trefilado), pero con una esbeltez pequeña. Cuanto mayor es el grado de trefilado mayor es la esbeltez de tales microfisuras [19].

Por otra parte, durante los ensayos de tracción simple realizados sobre los distintos alambres se pueden diferenciar entre un antes y un después de la formación del cuello de estricción. Previo a la formación del cuello de estricción el estado de tensiones es uniaxial y uniforme, lo cual acontece hasta que se alcanza el punto de carga máxima aplicada. La tensión axial aplicada σ_z tiende a cerrar (unir) las dos superficies de cada microfisura. Cuando se forma el cuello de estricción aparece un estado de tensiones triaxial en dicha zona. Dicho estado tensional triaxial en el fondo del cuello de estricción viene dado, en coordenadas cilíndricas, por la tensión axial σ_z en la dirección longitudinal del alambre, y por las tensiones radial y anular: σ_r y σ_θ respectivamente (siendo $\sigma_r = \sigma_\theta$). Una solución aproximada (1), para el cálculo del estado tensional triaxial ($\sigma_r, \sigma_\theta, \sigma_z$) en el cuello de estricción de una probeta cilíndrica, ha sido propuesta por Davindenkov y Spiridonova [23]:

$$\frac{\sigma_\theta}{\sigma_y} = \frac{a^2 - r^2}{2aR} \quad ; \quad \frac{\sigma_z}{\sigma_y} = 1 + \frac{a^2 - r^2}{2aR} \quad (1)$$

donde R es el radio del cuello de estricción, a es el diámetro del alambre medido en el fondo de dicho cuello y r la coordenada radial desde el eje longitudinal hasta el punto considerado.

Con la ayuda de un proyector de perfiles se ha medido el radio de curvatura R de la superficie correspondiente al cuello de estricción. Las medidas del cuello de estricción se han realizado sobre el acero tipo E por ser el que más inclusiones presenta. Los valores medios obtenidos han sido de $R = 26.25$ y $R = 3.16$ mm para el alambón de la familia E (denominado E0) y para el alambre de pretensar (E7) respectivamente. Teniendo estos valores, así como el límite elástico del material, se pueden aplicar las ecuaciones (1) para calcular la distribución tensional que se muestra en la figura 9 (con $\sigma_s = \sigma_r$) a lo largo del radio medido en el fondo del cuello de estricción, desde el eje longitudinal ($r = 0$) hasta la superficie exterior ($r = a$), para los instantes previos a la fractura final. Los valores más elevados, para cada tensión en particular, se obtienen para el caso del alambre de pretensado. En cuanto a la distribución tensional de σ_z y $\sigma_r (= \sigma_s)$ a lo largo del radio neto r en el fondo del cuello de estricción, ésta es cuasi constante para el alambón E0 y decreciente, desde el eje longitudinal ($r = 0$), para el acero de pretensado E7.

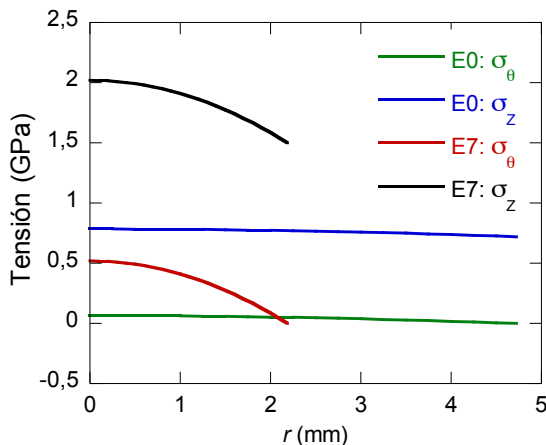


Figura 9. Cuello de estricción: distribución tensional.

Conocido el estado tensional en el fondo del cuello de estricción es posible obtener el valor de la triaxialidad t según la expresión (2), la cual se obtiene como una relación entre la tensión hidrostática σ_h (3) y la tensión equivalente o efectiva de von Mises σ_{eq} (4).

$$t = \frac{\sigma_h}{\sigma_{eq}} \quad (2)$$

$$\sigma_h = \frac{1}{3}(\sigma_z + \sigma_\theta + \sigma_r) \quad (3)$$

$$\sigma_{eq} = \sqrt{\frac{1}{2}[(\sigma_z - \sigma_\theta)^2 + (\sigma_z - \sigma_r)^2 + (\sigma_\theta - \sigma_r)^2]} \quad (4)$$

En la figura 10 se muestran los valores que adquiere la triaxialidad tensional t a lo largo del radio r en el fondo del cuello de estricción. Dicha distribución se

corresponde con el instante previo a la fractura de un alambón de acero E0 y de un alambre de pretensar comercial E7. Los valores más elevados se asocian con el alambre de pretensado E7, siendo mucho mayores que aquéllos que adquiere el alambón E0. En cuanto a la distribución se refiere la triaxialidad es máxima en el centro del alambre ($r = 0$) y decrece hasta alcanzar su valor mínimo en la periferia del mismo ($r = a$).

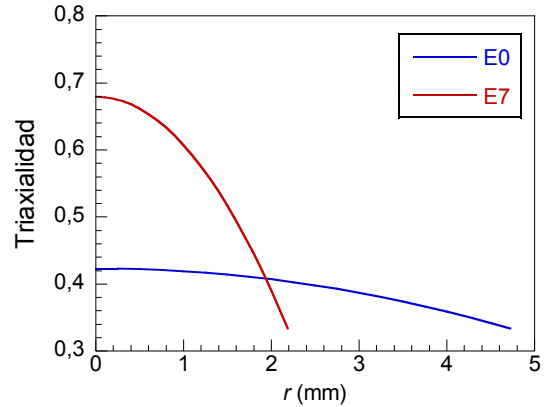


Figura 10. Cuello de estricción: triaxialidad tensional.

Teniendo en cuenta el estado tensional triaxial que existe por la presencia del cuello de estricción previo a la fractura final (figura 10), y la existencia de múltiples microfisuras alineadas (figura 7) en la dirección de su eje longitudinal, se puede concluir que ambos factores pueden ser decisivos para la formación de una superficie de fractura anisótropa en el caso de los aceros de pretensar (figura 8 dcha.), en los que se tiene:

- ✓ Valores elevados de σ_Y y de σ_R .
- ✓ Estado tensional triaxial elevado (con $\sigma_z > \sigma_r$).
- ✓ Múltiples microfisuras muy esbeltas y orientadas en la dirección del eje longitudinal (con valores microscópicos del radio en los sus vértices), sobre las cuales actúan, de forma perpendicular a ellas, las tensiones σ_r y σ_s , creando una concentración de tensiones que puede influir en la clara desviación del camino de fractura, dando lugar a una superficie de fractura con valles y crestas.

Para los aceros débilmente trefilados, como el alambón inicial mostrado en la figura 8 izda., se observa una superficie de fractura isótropa, plenamente transversal al eje longitudinal sobre el que se ha aplicado la tensión axial σ_z a lo largo del ensayo de tracción. Previo a la fractura final de estos alambres se cumple:

- ✓ Valores moderados de σ_Y y de σ_R .
- ✓ Estado tensional triaxial moderado (con $\sigma_z > \sigma_r$), siendo cuasi nulo el valor de σ_s (con $\sigma_s = \sigma_r$).
- ✓ Microfisuras poco esbeltas (romas, con gran radio de curvatura en sus dos vértices) y orientadas ligeramente en la dirección longitudinal de los alambres, lo cual implica una concentración de tensiones menor (ayudado por el bajo valor de las tensiones radial y anular) que para el caso de los aceros fuertemente trefilados.

5. CONCLUSIONES

El trefilado crea paulatinamente un aumento paulatino de σ_y (tb. de σ_R), gracias a mecanismos de endurecimiento por deformación en frío. Se ha observado que el cuello de estricción que presentan los aceros durante un ensayo de tracción simple posee un radio de curvatura que es tanto menor cuanto mayor es el grado de trefilado al que pertenece el acero.

El alto estado tensional triaxial creado, tanto por el elevado límite elástico como por el pequeño radio de curvatura del cuello de estricción, crea una triaxialidad tensional importante que puede tener su clara influencia en la desviación natural del camino de fractura del acero fuertemente trefilado: *comportamiento anisótropo en fractura*. Este efecto puede verse claramente potenciado por la notoria presencia de microfisuras, muy esbeltas (de hasta 100 μm de longitud) y muy orientadas en la dirección del eje longitudinal del alambre, que se han creado en torno a las inclusiones existentes en el material. Las tensiones σ_x y σ_r actúan de forma perpendicular a tales microfisuras, pudiendo contribuir la desviación del camino de fractura en forma de pequeñas bifurcaciones que darán lugar a la formación de diminutos valles y crestas típicas de la superficie de fractura anisótropa.

REFERENCIAS

- [1] S. Kang and K. Gow, An improved metallographic technique for the study of non-metallic inclusions in steel. *Metallography* (1978) 11: 219-222.
- [2] W. Roberts and B. Lehtinen, An in situ SEM study of void development around inclusions in steel during plastic deformation. *Acta Metall.* (1975) 24: 745-758.
- [3] S.J. Goodwin, F.N. Noble and B.L. Eyre. Inclusion nucleated ductile fracture in stainless steel. *Acta Metall.* (1989) 37: 1389-1398.
- [4] R.K. Everett and A.B. Geltmacher. Spatial distribution of MnS inclusions in HY-100 steel. *Scr. Mater.* (1999) 40: 567-571.
- [5] V.P. Raghupathy and V. Srinivasan. Determination of volume fraction of sulfide inclusions in steels. *Metallography* (1981) 14: 87-97.
- [6] N.M.A. Eid and P.F. Thomason, The nucleation of fatigue cracks in a low-alloy steel under high-cycle fatigue conditions and uniaxial loading. *Acta Metall.* (1979) 27: 1239-1249.
- [7] G.J. Fowler, The influence of non-metallic inclusions on the threshold behavior in fatigue, *Mater. Sci. Eng.* (1979) 39: 121-126.
- [8] M. Chapetti, T. Tagawa and T. Miyata. Ultra-long cycle fatigue of high-strength carbon steels. Part I: review and analysis of the mechanism of failure. *Mater. Sci. Eng. A* (2003) 356: 227-235.
- [9] M. Chapetti, T. Tagawa and T. Miyata. Ultra-long cycle fatigue of high-strength carbon steels. Part II: estimation of fatigue limit for failure from internal inclusions. *Mater. Sci. Eng. A* (2003) A356: 236.
- [10] C.D. Liu, M.N. Bassim and S.St. Lawrence. Evaluation of fatigue-crack initiation at inclusions in fully pearlitic steels. *Mater. Sci. Eng.* (1993) A 167: 107-113.
- [11] K. Lambrighs, I. Verpoest, B. Verlinden and M. Wevers. Influence of non-metallic inclusions on the fatigue properties of heavily cold drawn steel wires. *Procedia Engineering* (2010) 2: 173-181.
- [12] S.W. Song, J.H. Lee, H.J. Lee, C.M. Bae and C.S. Lee. Enhancing high-cycle fatigue properties of cold-drawn Fe-Mn-C TWIP steels. *Int J Fatigue* (2016) 85: 57-64.
- [13] T. Cong, G. Qian, G. Zhang, S. Wu, X. Pan, L. Du and X. Liu. Effects of inclusion size and stress ratio on the very-high-cycle fatigue behavior of pearlitic steel. *Int J Fatigue*, (2021) 142: 105958.
- [14] Z.-D. Li, S.-T. Zhou, C.-F. Yang and Q.-L. Yong. High/very high cycle fatigue behaviors of medium carbon pearlitic wheel steels and the effects of microstructure and non-metallic inclusions. *Mater. Sci. Eng. A* (2019) 764: 138208.
- [15] N. Ånmark, A. Karasev and P.G. Jönsson. The Effect of Different Non-Metallic Inclusions on the Machinability of Steels. *Materials* (2015) 8: 751-783.
- [16] W. Yan, W. Chen and J. Li. Quality Control of High Carbon Steel for Steel Wires. *Materials* (2019) 12: 846.
- [17] W. Yan, H.C. Xu, W.Q. Chen. Study on inclusions in wire rod of tire cord steel by means of electrolysis of wire rod. *Steel Res. Int.* (2014) 85: 53-59.
- [18] 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 la Fractura* (2007) 24: 99-104.
- [19] R. Rodríguez, F.J. Ayaso, J. Toribio. Análisis y clasificación de inclusiones presentes en acero perlítico. *Anales de Mecánica de la Fractura* (2020) 37: 271-276.
- [20] J. Toribio, F.J. Ayaso, B. González, J.C. Matos, D. Vergara y M. Lorenzo. Tensile fracture behavior of progressively drawn pearlitic steels. *Metals* (2016) 6/5: 114-1 - 114-18
- [21] J. Toribio and F.J. Ayaso. On the necessity of triaxiality and microstructural orientation to produce anisotropic fracture in cold drawn pearlitic steel: Resembling John Ford's Monument Valley. *Procedia Struct. Integr.* (2020) 28: 2416-2423.
- [22] J. Toribio and F.J. Ayaso. Cleavage Stress Producing Notch-Induced Anisotropic Fracture and Crack Path Deflection in Cold Drawn Pearlitic Steel. *Metals* (2021) 11: 451.
- [23] L.M. Kachanov. *Fundamentals of the theory of plasticity*. Dover Publications, New York (2004).

PREDICCIÓN DE LA VIDA RESIDUAL EN TUBERÍAS DE GAS CONSIDERANDO EL EFECTO DE LA CORROSIÓN DEBIDO AL TERRENO Y LA DEGRADACIÓN DEL MATERIAL.

Ivan Shtoyko, Jesús Toribio, Víktor Kharin*, Myroslava Hredil

Grupo de Investigación en Fractura e Integridad Estructural (GIFIE), Universidad de Salamanca (USAL)
Campus Viriato, Avda. Requejo 33, 49022 Zamora, España
*Correo-e: gatogris@usal.es

RESUMEN

Se presenta un modelo analítico para evaluar la vida residual en tuberías de gas considerando el efecto de la corrosión debido al terreno y la degradación del material. El modelo considera una fisura semi-elíptica no pasante en la pared de la tubería y asume una ley de propagación dependiente del tiempo para tener en cuenta los efectos ambientales, de forma que ha de resolverse un sistema de ecuaciones en derivadas parciales para predecir la evolución de la forma de la fisura con el tiempo. Los resultados demuestran que la vida residual de la tubería de gas depende fuertemente del tiempo inicial de operación.

PALABRAS CLAVE: evaluación de la vida residual, tuberías de gas, corrosión, degradación del material.

ABSTRACT

An analytical model is presented to predict the residual lifetime of gas pipelines taking into account the effect of soil corrosion and materials degradation. The model considers a part-through semi-elliptical crack in the pipe wall and assumes a time-dependent propagation law to account for environmental effects, so that a system has to be solved of partial differential equations to predict the crack shape evolution with time. Results demonstrate that the residual lifetime of the pipe strongly depends on the initial operation time.

KEYWORDS: residual lifetime assessment, gas pipelines, corrosion, material degradation.

1. INTRODUCCIÓN

Los gasoductos actualmente en servicio están sujetos a la acción combinada de las sollicitaciones mecánicas y de la acción del ambiente, de forma que resulta clave garantizar la seguridad de las operaciones.

Sobre la base de los resultados de la evaluación de seguridad en gasoductos realizada en [1], cabe concluir que la corrosión bajo tensión es la causa primordial de accidentes. Además, en las Refs. [2-3] se demuestra que ciertos componentes del gas natural pueden considerarse agentes corrosivos, lo que produce un fenómeno conocido como *degradación operacional*, que se manifiesta en un brusco descenso de la resistencia del acero a la fractura frágil [4-7], con activación electroquímica del acero [8] y facilidad para el crecimiento de fisuras [9-10]. La fragilización por hidrógeno del metal se ha señalado también como causa fundamental de degradación de tuberías [11-13].

Así pues, las fisuras en las tuberías comienzan en la pared exterior en contacto con el suelo (terreno) y se propagan hacia el interior, dentro de un material con propiedades mecánicas alteradas a consecuencia de la degradación como consecuencia de la vida en servicio.

Muchos investigadores han abordado el problema de la determinación de la vida residual de tuberías en servicio ante la presencia de fisuras, pero sin considerar los cambios de propiedades durante el tiempo de operación. Sin embargo, el problema de la degradación operacional no puede despreciarse. Para una evaluación más precisa de la vida residual de gasoductos, resulta importante introducir ciertos parámetros en los modelos para reflejar los cambios en el estado del material durante su vida en servicio. El presente artículo evalúa el papel de la corrosión producida por el terreno y de las tensiones de servicio en la predicción de la vida residual de tuberías de gas.

2. MATERIAL Y GEOMETRÍA

El objeto de la investigación es el acero X52 para tuberías, con un límite elástico (o tensión de cedencia) $\sigma_Y = 410$ MPa y una resistencia a tracción (o tensión de rotura UTS) $\sigma_R = 528$ MPa.

El espesor de la pared de tubería es $h = 12$ mm y el diámetro de la tubería $2r = 1420$ mm. El gasoducto está sometido a una presión de gas natural $p = 8$ MPa y está debilitada en su superficie exterior por la presencia de una fisura semi-elíptica con semi-ejes a_0, b_0 (Fig. 1).

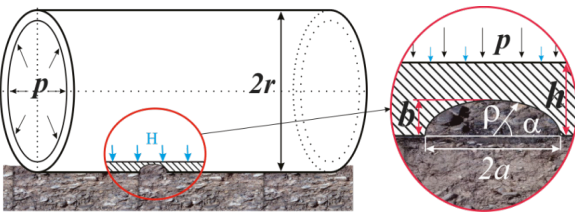


Fig. 1. Esquema de la tubería bajo presión con una fisura externa y la acción del ambiente del suelo.

3. FORMULACIÓN DEL MODELO

Se asume que el material del terreno (suelo) llena la fisura y causa corrosión y degradación del material, con deterioro de propiedades mecánicas y descenso de la resistencia a la propagación de fisuras por fatiga.

El objetivo consiste en la determinación del tiempo necesario para la propagación de la fisura a través de la pared de la tubería hasta $b = h$, instante de perforación en el cual la descompresión comienza.

De acuerdo con las investigaciones de Gabetta et al. [14], una fisura en una tubería bajo carga estática prolongada y sometida a la corrosión producida por el suelo se propaga a velocidad constante v^* .

Para la tubería nueva dicha velocidad es

$$v^*(0) = 1,03 \times 10^{-3} \text{ m/año} \quad (1)$$

mientras que para el acero tras 30 años de operación:

$$v^*(30) = 8,03 \times 10^{-3} \text{ m/año} \quad (2)$$

Sobre la base de estos datos experimentales, es posible obtener la ecuación que determina la velocidad de aproximada de fisuración como sigue:

$$v^*(t) = 10^{-3} [1,03 + 0,23 (t_0 + t)] \text{ (m/año)} \quad (3)$$

donde t_0 es el tiempo de operación de la tubería anterior al instante de la evaluación de vida residual.

Siguiendo los trabajos de Andreikiv et al. [15,16], el enfoque energético es válido para resolver el problema. Simplificando el modelo matemático, se obtiene la siguiente ecuación:

$$\frac{\partial \rho}{\partial t} = V_k(t) \sqrt{1 + \rho^{-2} \frac{\partial^2 \rho}{\partial \alpha^2}} \quad (4)$$

que es una ecuación no lineal en derivadas parciales que puede resolverse de forma aproximada utilizando la siguiente hipótesis: la fisura inicial tiene configuración semi-elíptica, y puede asumirse que mantiene dicha forma elíptica durante la propagación.

Con estas hipótesis, la ecuación (4) se reduce al siguiente sistema de ecuaciones diferenciales ordinarias:

$$da/dt = 10^{-3} [1,03 + 0,23 (t_0 + t)] \text{ (m/año)} \quad (5)$$

$$db/dt = 10^{-3} [1,03 + 0,23 (t_0 + t)] \text{ (m/año)} \quad (6)$$

Resolviendo el sistema, se obtiene la siguiente evolución de las dimensiones de los ejes de la elipse:

$$a(t) = a_0 + 10^{-3} (1,03 t + 0,23 t t_0 + 0,01 t^2) \quad (7)$$

$$b(t) = b_0 + 10^{-3} (1,03 t + 0,23 t t_0 + 0,01 t^2) \quad (8)$$

Finalmente la solución que determina la vida residual de la tubería (gasoducto) es:

$$t_{res} = -0,5 (103 + 23 t_0) + [0,25 (103 + 23 t_0)^2 + 10^5 (h - b_0)]^{1/2} \quad (9)$$

4. PREDICCIÓN DE LA VIDA RESIDUAL DE LA TUBERÍA

La ecuación (9) permite dibujar el diagrama de la Fig. 2, en el que se representa la vida residual de la tubería en función de la profundidad de fisura inicial b_0 y del tiempo inicial de operación t_0 .

Se observa que la vida residual de la tubería es una función decreciente del tiempo inicial de operación, debido a la degradación de propiedades mecánicas del acero tras el propio tiempo de operación en servicio.

El diagrama de la Fig. 2 también refleja que la vida residual del gasoducto depende crucialmente de la fisura inicial, en una relación inversa: a mayor profundidad de fisura inicial, menor tiempo de operación en servicio.

En la Fig. 3 se han dibujado los contornos de fisuración dependientes del tiempo inicial de operación, es decir, la evolución de la forma de las fisuras semielípticas durante la propagación.

De la evolución de los caminos de fisuración mostrados en la Fig. 3 se deduce una tendencia a converger a un cierto factor de aspecto en la forma de la fisura.

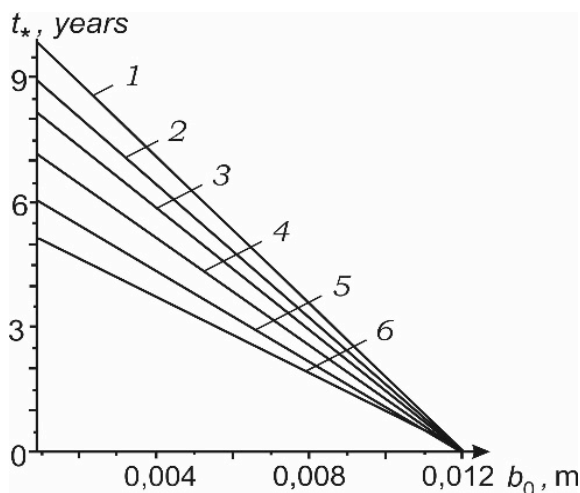


Fig. 2. Vida residual de la tubería en función de la profundidad de fisura inicial b_0 y del tiempo inicial de operación t_0 : las curvas 1 a 6 corresponden a los valores $t_0 = 0, 4, 8, 15, 25$ y 35 años, respectivamente.

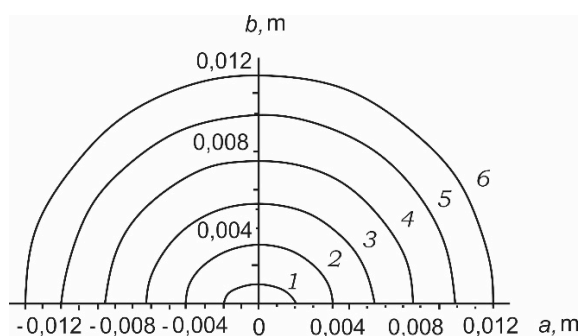


Fig. 3. Contornos de fisuración dependientes del tiempo inicial de operación: las curvas 1 a 6 corresponden a los valores $t = 0, 2, 4, 6, 9$ y 9.76 años, respectivamente.

5. CONCLUSIONES

El modelo de cálculo para predecir la vida residual de la tubería con una fisura se ha desarrollado considerando la degradación en servicio del acero de la tubería y el efecto de la corrosión del suelo.

Se observa que la vida residual de la tubería es una función decreciente del tiempo inicial de operación, debido a la degradación de propiedades mecánicas del acero durante el tiempo de servicio.

Agradecimientos

Los autores agradecen la financiación proporcionada por la NATO a través del “*Science for Peace and Security Programme*” mediante el Proyecto G5055.

REFERENCIAS

- [1] Student, O., Krechkovska, H., Lesiuk, G., Correia, J., 2018. Features of the microstructural and mechanical degradation of long term operated mild steel. *International Journal of Structural Integrity*. Vol. 9, №. 3. P. 296–306.
- [2] Tsyruľnyk, O. T., Slobodyan, Z. V., Zvirko, O. I., Hredil, M. I., Nykyforchyn, H. M., Gabetta, D., 2008. Influence of operation of Kh52 steel on corrosion processes in a model solution of gas condensate. *Materials Science* 44, No. 5, 619–629.
- [3] Hredil, M., Tsyruľnyk, O., 2010. Inner corrosion as a factor of in-bulk steel degradation of transit gas pipelines, 18th European Conference on Fracture: Fracture of Materials and Structures from Micro to Macro Scale, Dresden, Germany, manuscript #483.
- [4] Gredil, M.I., 2008. Operating degradation of gas-main pipeline steels. *Metallofizika i Noveishie Tekhnologii* 30, 397–406.
- [5] Tsyruľnyk, O. T., Nykyforchyn, H. M., Zvirko, O. I., Petryna, D. Yu., 2004. Embrittlement of the steel of an oil-trunk pipeline. *Materials Science* 2, 302–304.
- [6] Meshkov, Y.Y., Shyyan, A.V., Zvirko, O.I., 2015. Evaluation of the in-service degradation of steels of gas pipelines according to the criterion of mechanical stability. *Materials Science* 6, 830–835.
- [7] Maruschak, P., Danyliuk, I., Prentkovskis, O., Bishchak, R., Pylypenko, A., Sorochnik, A., 2014. Degradation of the main gas pipeline material and mechanisms of its fracture. *Journal of Civil Engineering and Management*, 20 (6), 864–872.
- [8] Zvirko, O. I., 2017. Electrochemical methods for the evaluation of the degradation of structural steels intended for long-term operation. *Materials Science* 4, 588–594.
- [9] Kryzhanivskyi, E., Hrabovskiy, R., Fedorovych, Y., Barna, R., 2015. Evaluation of the kinetics of fracture of elements of a gas pipeline after operation. *Materials Science* 1, 7–14.

- [10] Andreikiv, O., Hembara, O., Tsyurul'nyk, O., Nyrkova, L., 2012. Evaluation of the residual lifetime of a section of a main gas pipeline after long-term operation. *Materials Science* 2, 231–238.
- [11] Hredil, M.I., Student, O.Z., 2012. Effect of hydrogenating environment on crack growth and fractography peculiarities of the RPV steel. Proc. of 19th European Conference on Fracture: Fracture Mechanics for Durability, Reliability and Safety, Kazan, Russia, manuscript #159.
- [12] Andreikiv, O., Dolins'ka, Kukhar, V., Shtoiko I., 2016. Influence of hydrogen on the residual service life of a gas pipeline in the maneuvering mode of operation. *Materials Science* 4, 500–508.
- [13] Tsyurul'nyk, O.T., Kret, N.V., Voloshyn, V.A., Zvirko, O.I., 2018. A procedure of laboratory degradation of structural steels. *Materials Science* 5, 674–683.
- [14] Gabetta, G., Nykyforchyn, H., Lunarska, E., Zonta, P. P., Tsyurulnyk, O. T., Nikiforov, K., Hredil, M. I., Petryna, D. Yu., Vuherer T., 2008. In-service degradation of gas trunk pipeline X52 steel. *Materials Science* 1, 104–119.
- [15] Andreikiv, O., Sas, N., 2007. Strength of thin-walled structural elements with cracks under the conditions of creep. *Material Science* 2, 174–182.
- [16] Andreikiv, O., Nykyforchyn, H., Shtoiko I., Lysyk, A., 2017. Evaluation of the residual life of a pipe of oil pipeline with an external surface stress-corrosion crack for a laminar flow of oil with repeated hydraulic shocks. *Materials Science* 2, 216–226.

EVOLUCIÓN MICROESTRUCTURAL MULTI-ESCALA EN ACERO PERLÍTICO TREFILADO: UN ENFOQUE BASADO EN EL CONCEPTO DE PALIMPSESTO Y UN TRIBUTO A RAFAEL SANZIO

Jesús Toribio

Grupo de Investigación en Fractura e Integridad Estructural (GIFIE), Universidad de Salamanca (USAL)
Campus Viriato, Avda. Requejo 33, 49022 Zamora, España
Correo-e: toribio@usal.es

RESUMEN

Este artículo ofrece un enfoque de la evolución microestructural multi-escala en acero perlítico trefilado basado en el concepto de *palimpsesto*, analizando en particular la evolución con el trefilado de: (i) el *grano austenítico previo* (nivel microestructural *cerro, virtual o palimpsesto*); (ii) la *colonia perlítica* (primer nivel microestructural); (iii) las *láminas perlíticas* (segundo nivel microestructural). Los resultados demuestran que la colonia perlítica esbelta (tras el trefilado) –más que el grano austenítico previo (el cual es también trefilado *virtualmente* en el enfoque basado en el concepto de *palimpsesto*– es la unidad microestructural que gobierna el tamaño de la faceta de clivaje en la fractura de aceros perlíticos trefilados.

PALABRAS CLAVE: Acero perlítico; trefilado; evolución microestructural multi-escala; grano austenítico previo; colonias de perlita; láminas de perlita.

ABSTRACT

This paper offers a *palimpsestus* approach to the multiscale microstructural evolution in progressively cold drawn pearlitic steel, analyzing in particular the evolution with cold drawing of: (i) the *prior austenitic grain (zero, or virtual, or palimpsestus microstructural level)*; (ii) the *pearlitic colony (first microstructural level)*; (iii) the *pearlite lamellae* (second microstructural level). Results demonstrate that the slender pearlitic colony (after cold drawing) –more than the prior austenitic grain (that is also *virtually* cold drawn in the *palimpsestus* approach)– is the microstructural unit governing the cleavage facet size in fracture of cold drawn pearlitic steels.

KEYWORDS: Pearlitic steel; cold drawing; multiscale microstructural evolution; prior austenite grain; pearlitic colonies; pearlite lamellae.

1. INTRODUCCIÓN

El acero perlítico trefilado se usa en ingeniería estructural como parte del hormigón pretensado. Investigaciones previas de Toribio y Ovejero han demostrado que el proceso de fabricación mediante trefilado progresivo (multi-paso) genera en los alambres de acero de pretensado una creciente orientación (o anisotropía) microestructural, así como una cierta densificación [1-4].

Este artículo ofrece un enfoque basado en el concepto de palimpsesto de la evolución microestructural multi-escala (jerarquizada) en acero perlítico trefilado, analizando en particular: (i) el *grano austenítico previo* (nivel microestructural *cerro, “virtual” o “palimpsesto”*), (ii) la *colonia perlítica* (primer nivel microestructural), (iii) las *láminas perlíticas* (segundo nivel microestructural).

2. EVOLUCIÓN DE LA MICROESTRUCTURA MULTIESCALA CON EL TREFILADO: UN ENFOQUE BASADO EN EL CONCEPTO DE PALIMPSESTO

La evolución microestructural multi-escala (jerarquizada) en acero perlítico durante el trefilado (en los dos niveles de colonias y láminas perlíticas) ha sido estudiada por Toribio y Ovejero [1-4].

2.1. Evolución de la colonia perlítica (primer nivel microestructural).

Los estudios de Toribio y Ovejero [1-2] muestran una progresiva esbeltización y orientación (según la dirección de trefilado o eje del alambre) de las colonias perlíticas (primer nivel microestructural). Así pues la colonia perlítica, de la que inicialmente se asume que tiene una

forma cuasi-esférica en el enfoque tridimensional (3D) o cuasi-circular en el análisis bi-dimensional (2D), evoluciona con alargamiento y esbeltización, es decir, con incremento de su factor de aspecto [1] y, al mismo tiempo, con orientación cuasi-paralela al eje del alambre o dirección de trefilado [2].

2.2. *Evolución de las láminas perlíticas (segundo nivel microestructural).*

Toribio y Ovejero [3-4] estudiaron la evolución con el proceso de fabricación mediante trefilado de las láminas perlíticas (*segundo nivel microestructural*), mostrando una densificación progresiva de las láminas de ferrita y cementita (Fe/Fe_3C), asociada con un descenso del espaciado interlaminar [3], junto con una orientación de las láminas en dirección paralela o cuasi-paralela al eje del alambre o dirección de trefilado [4].

2.3. *Evolución del grano austenítico previo (nivel microestructural “cero”, “virtual” o “palimpsesto”)*

El grano austenítico previo (nivel microestructural “cero”, “virtual” o “palimpsesto”) se asocia con la microestructura que estaba presente en el propio material antes de la transformación eutectoide, así que *ha dejado de existir*. Sin embargo, los puntos materiales que definen los bordes (el contorno) del grano austenítico previo definen una suerte de *grano virtual* que también evoluciona con el trefilado, definiendo así un *nuevo borde del grano virtual trefilado*, que se constituye así en un *grano virtual orientado y alargado* (tras un *trefilado virtual*).

2.4. *Enfoque basado en el concepto de palimpsesto.*

La evolución susodicha de los puntos materiales que definen el grano austenítico previo representa, desde el punto de vista de la Mecánica de Medios Continuos, una *formulación lagrangiana actualizada* en la cual los puntos materiales evolucionan con el trefilado de forma que aparece un nuevo material mejorado (el alambre de acero perlítico trefilado), pero no se trata realmente de un nuevo material, sino del antiguo (alambro laminado en caliente) con propiedades mejoradas.

Es una suerte de *enfoque basado en el concepto de palimpsesto*, similar al acto de re-escritura sobre un manuscrito antiguo previamente escrito o, también, construir nuevos edificios sobre una antigua ciudad en ruinas, es decir, tanto el grano austenítico previo (es decir, los puntos que definen sus bordes) como el material en propiamente dicho son *metafóricamente re-escritos*, i.e., evolucionan con el trefilado y crean el nuevo material sobre la base del anterior (que resulta así, paradójicamente, viejo y nuevo), del mismo modo que la *Roma Católica* se desarrolla sobre la anciana (*puramente romana*) *Roma*: la *Roma Barroca* sobre la *Roma de los Césares*.

3. CONSECUENCIAS DE DICHA EVOLUCIÓN MICROESTRUCTURAL EN FRACTURA

La discusión sobre las consecuencias en fractura de la susodicha evolución microestructural multi-escala con el trefilado se realizará sobre la base de investigaciones previas de Toribio y Ayaso [5,6].

3.1. *Fractura de muestras fisuradas*

Como describen Toribio y Ayaso [5], muestras pre-fisuradas transversalmente se sometieron a carga monótona creciente hasta el instante de fractura. La Figura 1 muestra el perfil de fractura en un alambro no trefilado y en un acero fuertemente trefilado.

El alambro no trefilado y los aceros débilmente trefilados se comportan isotrópicamente, es decir, la fisuración se desarrolla en modo I siguiendo el plano inicial de la propagación por fatiga (Figura 1a).

Los aceros fuertemente trefilados exhiben en fractura un comportamiento claramente anisótropo en forma de deflexión tras la fisura de fatiga (y alguna propagación en modo I en ciertos casos) con un ángulo de desviación de 90° con respecto al plano inicial de la fisura y propagación posterior en una dirección próxima a la inicial (Figura 1b).

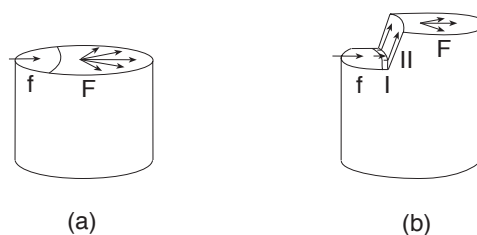


Figura 1. Caminos de fisuración (perfiles de fractura) asociados con la fractura axial en ambiente inerte (aire) de aceros perlíticos con 0 (a) and 6 (b) pasos de trefilado; f: crecimiento de fisuras por fatiga; I: propagación en modo I; II: propagación en modo mixto (escalón de propagación en aceros fuertemente trefilados); F: fractura final.

3.2. *Fractura de muestras entalladas*

Toribio y Ayaso [6] también estudiaron el comportamiento anisótropo en fractura de aceros perlíticos progresivamente trefilados, cuando se ensayan en presencia de entallas con diferentes geometrías (Figura 2), y por tanto distintos niveles de triaxialidad (constreñimiento). Las dimensiones de las muestras entalladas utilizadas (Figura 2) son:

- Geometría A : $R/D = 0.03$, $C/D = 0.10$
- Geometría B : $R/D = 0.05$, $C/D = 0.30$
- Geometría C : $R/D = 0.40$, $C/D = 0.10$
- Geometría D : $R/D = 0.40$, $C/D = 0.30$

donde R y C son el radio en el fondo de la entalla y la profundidad de entalla, y D el diámetro de la muestra.

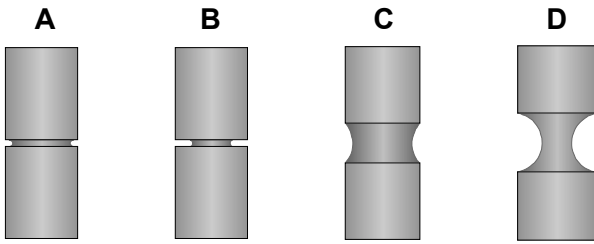
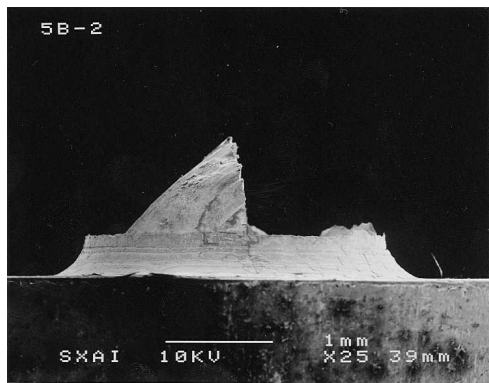


Figura 2. Muestras entalladas de acero perlítico trefilado con distintas geometrías de entalla.

Los aceros muy trefilados exhiben un comportamiento anisótropo en fractura y un camino de fisuración con deflexión, cf. Figura 3a (con ángulo de deflexión de 90°), i.e., un escalón de propagación. La apariencia fractográfica de dicho escalón recuerda la fractura de tipo clivaje (Figura 3b). Sin embargo, no se trata de clivaje convencional, sino de una suerte de *clivaje orientado y alargado*, siendo su orientación paralela al eje del alambre, y con marcas de río detectables en la misma dirección.



(a)



(b)

Figura 3. Morfología de fractura en la muestra 5B (acero 5 tras 5 pasos de trefilado; geometría de entalla B con la máxima triaxialidad tensional): vista del perfil de fractura (a) y morfología de fractura del escalón vertical (b).

4 DISCUSIÓN SOBRE EL CLIVAJE ORIENTADO Y ALARGADO: TREFILADO “VIRTUAL” DE LAS FRACTOGRAFÍAS

Dada la morfología de fractura tipo clivaje (Figura 3b), ahora la cuestión aflora acerca de si existe (*o no*) una relación geométrica entre este clivaje de un tipo especial (*orientado y alargado*) y el de tipo convencional. Para comprobar dicha posibilidad se utilizó una técnica de análisis de imagen asistida por computador.

La técnica consiste en una deformación “virtual” de las fotografías del escalón de propagación en muestras entalladas de un aceros diferente (pero con la misma geometría de entalla). El objetivo es comprobar si un modo de fractura para un determinado grado de trefilado podría obtenerse mediante deformación computacional del modo de fractura de un acero con un grado menor.

La magnitud de la deformación “virtual”, asistida por ordenador, de las fractografías se escogió del mismo nivel que la deformación plástica acumulada real en cada alambre de acero durante el trefilado. Se calculó sobre la base de la hipótesis de conservación de volumen de la Teoría Matemática de la Plasticidad.

El procedimiento descrito puede verse como un *trefilado “virtual”* de las fractografías asociadas con un escalón de fractura a 90° , como si el trefilado real durante el proceso de fabricación y el comportamiento anisótropo en fractura pudieran conmutarse.

La Figura 4 muestra la *fractografía “virtual”* del escalón de propagación en la muestra 5B (geometría de entalla B suministrando la máxima triaxialidad tensional; acero 5 que ha sufrido 5 escalones de trefilado). Se ha obtenido mediante alargamiento virtual, asistido por ordenador, en la dirección de trefilado de una fractografía real del escalón en la muestra 3B (acero 3; geometría B).

La comparación entre las fractografías real (Figura 3b) y “virtual” (Figura 4) demuestra su similitud, lo cual indica que los micromecanismos que podrían producir el fallo en ambos casos son también similares, y asociados con el modo fractográfico de clivaje con *marcas de río* y *facetas de clivaje*.

Un análisis cuantitativo de las fractografías real (actual) y “virtual” (elongada) prueba su similitud considerando el tamaño de la faceta de clivaje en ambos casos (real TFC y “virtual” TFC*), como muestra en la Tabla 1 que incluye también el tamaño de colonia de perlita (TCP) medido por Toribio y Ovejero [1] utilizando metalografía cuantitativa. El análisis demuestra que los tres valores evaluados (TCP, TFC y TFC*) son aproximadamente iguales para un acero dado con determinado grado de trefilado.

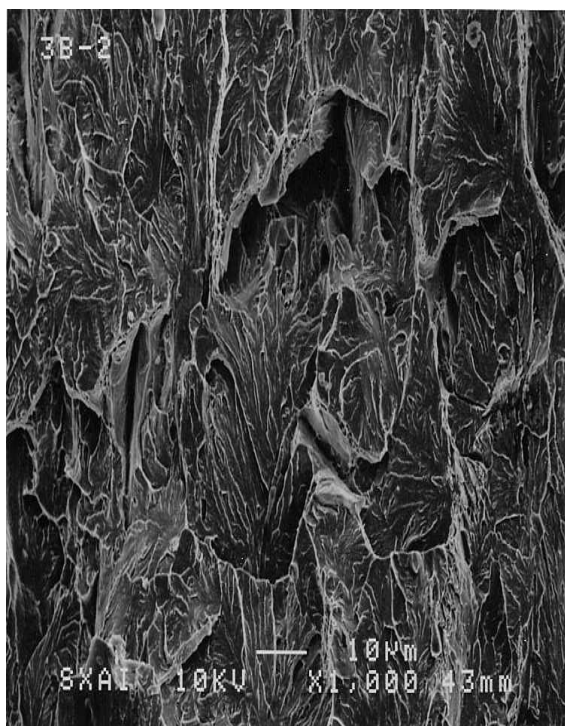


Figura 4. Fractografía “virtual” del escalón de propagación de fractura a 90° en la muestra 5B (acero 5, geometría B), obtenida mediante elongación asistida por computador (siguiendo la dirección de trefilado, es decir, paralela al eje del alambre) de la fractografía real en la muestra 3B (acero 3, geometría B). En esta fractografía “virtual” el eje del alambre o dirección de trefilado (a lo largo de lo cual se ha realizado la elongación) corresponde al lado vertical de la fotografía.

Tabla 1. Tamaños de colonias perlíticas y de facetas de clivaje (real y “virtual”) en los diferentes aceros.

acero	4	5	6
TCP (µm)	28.9	36.5	42.2
TFC (µm)	30.5	34.3	41.4
TFC* (µm)	30.0	38.6	42.9

TCP: Tamaño de colonia de perlita

TFC: Tamaño de faceta de clivaje real

TFC*: Tamaño de faceta de clivaje “virtual”

Según Park y Bernstein [7], en el caso de clivaje convencional que tiene lugar en un acero perlítico eutectoide, el tamaño de la faceta de clivaje es función del grano austenítico previo, si bien algo menor, y corresponde a la zona del mismo grano dentro de la cual las colonias de perlita dentro del grano austenítico previo comparten una orientación cristalográfica común de ferrita, y representa la unidad de fractura crítica en microestructura perlíticas no orientadas (u orientadas al azar, por ejemplo en acero perlítico isótropo laminado en caliente), determinando de este modo la tenacidad de fractura en relación con la microestructura perlítica.

5. UNIDAD CRÍTICA DE FRACTURA EN ACEROS PERLÍTICOS TREFILADOS: UN ENFOQUE BASADO EN EL CONCEPTO DE PALIMPSESTO.

La Figura 5 esquematiza el enfoque basado en el concepto de *palimpsesto* mostrando la evolución del contorno “virtual” del grano austenítico previo durante el trefilado desde el acero perlítico laminado en caliente (Figura 5a) hasta el acero perlítico fuertemente trefilado (Figura 5b).

Aunque el denominado grano austenítico previo (*nivel microestructural cero, o “virtual”, o “palimpsesto”*) desaparece durante la propia transformación eutectoide (produciendo láminas de ferrita y cementita, i.e., una microestructura perlítica), su contorno en forma de *conjunto de puntos materiales* representa un *dominio geométrico* que puede ser analizado (la “*escritura previa*” en el material en esta suerte de enfoque basado en el concepto de *palimpsesto*) y tal conjunto de puntos evoluciona durante el trefilado y llega a ser más esbelto y alargado según la dirección de trefilado (eje del alambre), en una suerte de “re-escritura” en el material sobre el texto previo, aunque el último permanece en el acero a modo de “herencia”. Este es el *enfoque basado en el concepto de palimpsesto* (desde el punto de vista conceptual), o la *formulación lagrangiana actualizada* (desde el punto de vista de la mecánica de medios continuos).

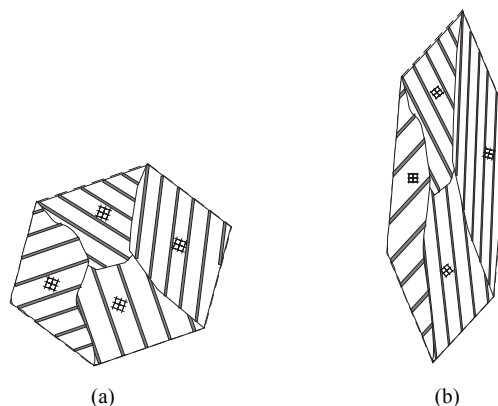


Figura 5. Esquema mostrando la orientación cristalográfica de la ferrita, las láminas de perlita (ferrita/cementita), las colonias de perlita y el contorno “virtual” del grano austenítico previo en: (a) un acero perlítico isótropo laminado en caliente; (b) un acero perlítico anisótropo trefilado en frío para producir acero de pretensado.

Dentro del grano austenítico previo, la *colonia de perlita (primer nivel microestructural)* se define como un conjunto de láminas de ferrita (Fe) & cementita (Fe₃C) que comparten una orientación común dentro de la colonia, y diferente de la orientación laminar en las colonias adyacentes. Las colonias de perlita también evolucionan con el trefilado desde una forma regular en

el material laminado en caliente (Figura 5a) hasta unas forma alargada esbelta en el acero perlítico fuertemente trefilado (Figura 5b), según se describe en [1,2].

En lo que se refiere a las láminas de perlita ($\text{Fe}/\text{Fe}_3\text{C}$) o *segundo nivel microestructural*, se orientan al azar en el material laminado en caliente (Figura 5a), y se orientan claramente en la dirección del trefilado (eje del alambre) en los aceros fuertemente trefilados (Figura 5b). Además, hay un aumento de la densidad de empaquetamiento asociado con un decrecimiento del espaciado interlaminar (compárense las Figuras 5a y 5b), según analizan y describen Toribio y Ovejero [3,4].

Para evaluar la *unidad crítica de fractura*, es clave analizar la *orientación cristalográfica de la ferrita*. En el acero perlítico laminado en caliente (Figura 5a) que exhibe una orientación aleatoria de la microestructura perlítica en lo que se refiere a colonias y láminas (los *niveles microestructurales primero y segundo*), *todas* las colonias pertenecientes al mismo grano austenítico previo (*nivel microestructural cero*, “virtual” o “palimpsesto”) comparten una orientación cristalográfica común de la ferrita. Esta es la razón por la cual, en el caso de clivaje convencional que tiene lugar en acero perlítico isótropo (material laminado en caliente no trefilado o débilmente trefilado), el *tamaño de faceta de clivaje convencional* está determinado unívoca y cuantitativamente por el *tamaño del grano austenítico previo* [7].

Por otra parte, en el caso del material fuertemente trefilado (Figura 5b), éste posee una microestructura perlítica marcadamente orientada en lo que se refiere a colonias y láminas (*niveles microestructurales primero y segundo*) puesto que ambos niveles han evolucionado (*rotado*) durante el trefilado, y dicha rotación es la causa de la orientación microestructural en el acero, del mismo modo que el propio grano austenítico previo (*nivel microestructural cero*, “virtual” o “palimpsesto”) también, en cierto sentido, se ha trefilado “virtualmente” y *ha rotado* (incluso cuando realmente *no existe* tras la transformación eutectoide), pero se puede imaginar un *trefilado “virtual”* del mismo, es decir, de su contorno o conjunto de puntos materiales que evolucionan según una *formulación lagrangiana actualizada* o de un enfoque basado en el *concepto de “palimpsesto”*, (metafóricamente como re-escritura sobre un texto previo en una tabla antigua). Continuando con este enfoque, tal grano austenítico previo (o grano “virtual”) va evolucionando hasta llegar a ser progresivamente alargado (más esbelto) y orientado según la dirección de trefilado o eje del alambre a medida que el grado de trefilado crece (ver Figura 5b), pero las colonias y láminas dentro de dicho grano “virtual” *también rotan*, creando así una nueva distribución cristalográfica en la cual *no existe una orientación cristalográfica común de la ferrita en todas las colonias del mismo grano previo*.

El trefilado produce rotación, tanto de colonias como de láminas perlíticas (Figura 5b), creando así diferentes orientaciones cristalográficas de ferrita en las colonias del mismo grano austenítico previo (el denominado en este artículo *grano “virtual”* o “palimpsesto”). Así pues, aparece una *nueva unidad crítica de fractura* por clivaje especial (orientado y alargado asociado con fractura anisótropa): la *colonia de perlita esbelta*, dentro de la cual todas las láminas de ferrita y de cementita comparten una orientación común y, a consecuencia de ello, y tras la rotación de colonias y láminas durante el trefilado, la orientación cristalográfica común de la ferrita se mantiene *solamente* dentro de dicha colonia (esbelta y alargada en la dirección de trefilado), tal como se muestra en la Figura 5b,

Así pues, el grano austenítico previo (que se denomina en este trabajo grano “virtual” o “palimpsesto”) y que, ciertamente, *existió pero ya no existe* (pero existen los puntos materiales que definían su contorno) es, de alguna manera, trefilado virtualmente, por lo que adquiere una nueva forma orientada y alargada (Figura 5b), modificando de este modo, dentro del mismo, la orientación cristalográfica previa de la ferrita, que pasa a ser gobernada ahora por las láminas paralelas dentro de una colonia de perlita esbelta. De este modo, la propia *colonia perlítica esbelta*, en lugar del anterior grano austenítico previo, puede adoptarse como la *unidad crítica de fractura* en el material trefilado, porque diferentes colonias de perlita dentro del mismo grano siguen distintas rutas de orientación durante la fabricación del acero. Como consecuencia de lo anterior, la *colonia perlítica esbelta* se convierte en la *unidad de fractura crítica* que determina a su vez al *tamaño de la faceta de clivaje orientado y alargado*, característico de la fractura anisótropa (por *exfoliación*) en aceros perlíticos fuertemente trefilados.

En el proceso de trefilado en frío descrito anteriormente, el *borde del grano austenítico previo (no existente)* juega el papel de *texto literario escrito previamente cuya herencia permanece en el material* (más o menos presente) durante el trefilado, pero la re-escritura borra en parte (si no completamente) tal herencia o presencia, creando un nuevo texto literario (que es realmente el anterior corregido, modificado o mejorado), de igual manera que el alambre de acero perlítico trefilado es una mejora del acero perlítico base, previamente laminado en caliente en forma de alambroón pero, en cierto sentido, el alambre trefilado *no* es un nuevo material, sino una *versión mejorada del material anterior*, condicionado e influido por *la circunstancia* del proceso de fabricación mediante trefilado progresivo que genera un mecanismo de endurecimiento por deformación. Se trata de un *enfoque orteguiano* en el sentido filosófico del “yo soy yo y mi circunstancia” acuñado por el gran José Ortega y Gasset.

6. CONCLUSIONES

En materiales anisótropos como el acero de pretensado analizado en el presente artículo existe una orientación de todas las unidades microestructurales: (i) el grano austenítico previo (nivel microestructural cero, *virtual* o *palimpsesto*); (ii) la colonia de perlita (primer nivel microestructural); (iii) las láminas perlíticas (segundo nivel microestructural).

La colonia de perlita esbelta más que el grano austenítico previo (que es *virtualmente trefilado* en este enfoque basado en el concepto de *palimpsesto*) podría ser la unidad de fractura crítica en el material trefilado, puesto que diferentes colonias perlíticas dentro del mismo grano siguen diferentes caminos de orientación a lo largo de la ruta de manufactura. De este modo la *colonia de perlita esbelta* es la unidad de fractura crítica y determina el tamaño de la *faceta de clivaje orientada y alargada*, propia del comportamiento anisótropo en fractura en aceros perlíticos fuertemente trefilados.

7. EPÍLOGO EN FORMA DE TRIBUTO A RAFAEL SANZIO

Este artículo que trata el concepto de *palimpsesto* (íntimamente relacionado con la ciudad de Roma) es un tributo al pintor Rafael Sanzio, nacido en la ciudad de Urbino el 6 de abril 1483 y fallecido en la ciudad de Roma el 6 de abril de 1520. La Figura 6 muestra la obra maestra “*La Escuela de Atenas*”.



Figura 6. Rafael Sanzio: *La Escuela de Atenas*.

Agradecimientos

El autor desea agradecer la financiación proporcionada por las siguientes instituciones españolas nacionales: Ministerio de Ciencia y Tecnología (MICYT; Proyecto MAT2002-01831), Ministerio de Educación y Ciencia (MEC; Proyecto BIA2005-08965), Ministerio de

Ciencia e Innovación (MICINN; Proyecto BIA2008-06810), Ministerio de Economía y Competitividad (MINECO; Proyecto BIA2011-27870), así como la institución regional Junta de Castilla y León (JCyL; Proyectos SA067A05, SA111A07 and SA039A08).

REFERENCIAS

- [1] Toribio, J., Ovejero, E., 1997. Microstructure Evolution in a Pearlitic Steel Subjected to Progressive Plastic Deformation. *Materials Science and Engineering A* 234-236, 579-582.
- [2] Toribio, J., Ovejero, E., 1998. Microstructure Orientation in a Pearlitic Steel Subjected to Progressive Plastic Deformation. *Journal of Materials Science Letters* 17, 1037-1040.
- [3] Toribio, J., Ovejero, E., 1998. Effect of Cumulative Cold Drawing on the Pearlite Interlamellar Spacing in Eutectoid Steel. *Scripta Materialia* 39, 323-328.
- [4] Toribio, J., Ovejero, E., 1998. Effect of Cold Drawing on Microstructure and Corrosion Performance of High-Strength Steel. *Mechanics of Time-Dependent Materials* 1, 307-319.
- [5] Toribio, J., Ayaso, FJ., 2002. Investigation of the Type of Cleavage Related to Anisotropic Fracture in Heavily Drawn Steels. *Journal of Materials Science Letters* 21, 1509-1512.
- [6] Toribio, J., Ayaso, FJ., 2004. Image Analysis of Exfoliation Fracture in Cold Drawn Steel. *Materials Science and Engineering A* 387-389, 438-441.
- [7] Park, Y.J., Bernstein, IM., 1979. The Process of Crack Initiation and Effective Grain Size for Cleavage Fracture in Pearlitic Eutectoid Steel. *Metallurgical Transactions* 10A, 1653-1664.
- [8] Toribio, J., 2020. Art and Fracture Mechanics. *Procedia Structural Integrity* 26 (2020) 376-382.

ANÁLISIS DEL PROCEDIMIENTO DE ENSAYO DE LA FRAGILIZACIÓN POR HIDRÓGENO MEDIANTE EL USO DEL SPT

G. Álvarez¹, A. Zafra, C. Rodríguez, F.J. Belzunce

¹Grupo de investigación SIMUMECAMAT. email: alvarezdguillermo@uniovi.es
Escuela Politécnica de Ingenieros de Gijón
C/ Pedro Puig Adam, 33203, Gijón, Asturias-España

RESUMEN

En esta investigación fueron utilizados tres aceros estructurales para evaluar la influencia del hidrógeno en sus propiedades mecánicas. Se propone un procedimiento de ensayo para determinar la fragilización por hidrógeno utilizando el ensayo Small Punch Test (SPT). Los ensayos obtenidos de este ensayo han sido comparados con los dados en probetas de fractura estándar. Además, se han utilizado dos métodos para introducir hidrógeno en las muestras. El primero es utilizando un autoclave de alta presión de hidrógeno con las siguientes condiciones: 19.5 MPa a 450°C durante 21 horas. El segundo método se realizó en base a reacciones electroquímicas con un electrolito 2M H₂SO₄+As₂O₃ bajo una densidad de corriente de 2 mA/cm². Bajo estas condiciones se ha determinado la influencia de la composición química y microestructura del acero tras un análisis de los resultados desde un criterio energético y del enrocamiento de la punta de la grieta (CTOD). Además, se ha caracterizado los materiales desde un punto de difusividad del hidrógeno utilizando el ensayo de permeación lo que nos permite justificar resultados. El bajo espesor y la pequeña triaxialidad de las muestras SPT ha sido tenido en cuenta para justificar su bajo índice de fragilización mostrado al utilizar este ensayo miniatura.

PALABRAS CLAVE: Hidrógeno, SPT, CTOD, difusión, entalla

ABSTRACT

Three structural steels were used to evaluate the influence of hydrogen in their mechanical properties. A testing procedure based on the Small Punch Test (SPT) was proposed to determinate hydrogen embrittlement and the results obtained in these tests were compared with the ones obtained using standard fracture toughness tests. Two pre-charging methods were also applied to introduce hydrogen in the samples. The first method was using gaseous hydrogen in a high-pressure reactor at 19.5 MPa and 450°C for 21 hours. The second one was carried out by means of cathodic charging from 2M H₂SO₄ + As₂O₃ electrolyte under a current density of 2 mA/cm². Under these conditions, the effect of the steel's chemical composition and microstructure on the corresponding embrittlement indexes was determined from results obtained on notched small punch and standard fracture toughness tests using energy and crack tip opening displacement (CTOD) criteria. Furthermore, hydrogen diffusivity was also determined by means of permeation tests, as to explain and justify the results. The low thickness and lower stress triaxiality of the SPT samples may also be taken into account to justify the lower embrittlement indexes detected when this miniature test was used.

KEYWORDS: Hydrogen, SPT, CTOD, diffusion, notch

INTRODUCCIÓN

El sobreconsumo de materias primas para la producción de energía es uno de los principales temas de índole social. En este contexto, el hidrógeno está aceptado como uno de los principales elementos que pueden generar y almacenar energía de forma limpia consiguiendo reducir el rápido avance del cambio climático. Actualmente, este elemento es un claro candidato para sustituir a los combustibles fósiles, por ello, se espera un incremento de su uso en los próximos años donde se espera un incremento de las instalaciones relacionadas con el

almacenamiento y transporte de este. Sin embargo, el hidrógeno lleva añadido una problemática como es el fenómeno de fragilización que se produce en los aceros. Actualmente no existe un método de ensayo aceptado por la comunidad científica para determinar en que grado es de susceptible un material ante el mismo. Por ello, el objetivo de este trabajo es evaluar la susceptibilidad de diferentes aceros a este fenómeno con la utilización del ensayo SPT con probetas miniatura entalladas. La comparación de resultados ser hará utilizando el Índice de Fragilización por Hidrógeno (HEI) que indica el

porcentaje de descenso de la tenacidad del material frente al mismo en condiciones de hidrógeno:

$$HEI_x(\%) = \frac{X - X_H}{X} \cdot 100 \quad (1)$$

donde X y X_H son las medidas de tenacidad a la fractura evaluadas con y sin hidrógeno respectivamente.

MATERIALES Y MÉTODOS

2.1. Materiales

En esta investigación se han utilizado tres aceros generalmente utilizados en aplicaciones estructurales con probabilidad de estar en ambientes ricos en hidrógeno. El primero es un acero al carbono S355, el cual es una solución barata si las cargas externas no son muy altas, el H8 que es un acero templado y revenido con uso naval y el último, WM, es una soldadura de un acero CrMoV que suele ser utilizado en la fabricación de depósitos y tuberías a presión. El acero S355 tiene una microestructura ferrito-perlítica, el H8 y el WM muestran, sin embargo, una microestructura de bainita y martensita. La Tabla 1 muestra la dureza de cada uno de los materiales, así como sus propiedades a tracción (límite elástico, σ_{YS} , tensión última, σ_u , alargamiento, e , estricción RA). Estas propiedades han sido obtenidas de acuerdo con la normativa UNE-EN ISO 6892-1 [1].

2.2. Métodos de precarga y ensayos de permeación

Con el objetivo de analizar el efecto del hidrógeno interno en las propiedades mecánicas de los materiales expuestos, se han propuesto dos técnicas: gaseosa y catódica. La precarga gaseosa es llevada a cabo en un autoclave de alta presión con 19.5 MPa a 450°C durante 21 horas (condición de saturación). Para evitar la pérdida de hidrógeno en el interior de la muestra se conservan las probetas en nitrógeno líquido hasta el inicio de los ensayos. En el caso de la precarga catódica, el electrolito utilizado es 2M H₂SO₄+0.25 g/l As₂O₃ y la densidad de corriente 2 mA/cm² durante 4 horas. La concentración de hidrógeno inicial (C_{H0}) fue medida utilizando un analizador de hidrógeno LECO DH603 y utilizando pines de 30 mm de longitud y 10 mm diámetro (20g) para la precarga gaseosa y muestras de 50x50x1 mm³ para la precarga catódica. La Tabla 2 muestra el hidrógeno fuertemente atrapado (C_T) que se ha obtenido tras dejar las muestras al aire durante un periodo de tiempo largo (1 mes). La diferencia existente entre el hidrógeno fuertemente atrapado y el inicial, es el denominado difusible (C_{Hdif}) que también se encuentra recogido en la tabla. Se puede observar como el hidrógeno difusible

depende en gran medida del tipo de precarga y del material con unos valores comprendidos entre 0.10 y 0.18 ppm para el S355, entre 1.10 y 4.10 para el WM y entre 0.70 y 1.60 para el H8. Además, la concentración de hidrógeno crece con la dureza ya que esta propiedad se encuentra fuertemente relacionada con la densidad de trampas de hidrógeno. La menor cantidad de hidrógeno medido durante la precarga gaseosa se debe principalmente a la difusión del hidrógeno hacia el exterior de la probeta durante la extracción de la misma del autoclave como se discutirá posteriormente.

A continuación, se realizó el ensayo de permeación, donde se ha utilizado el mismo electrolito aplicado en la precarga catódica y los ensayos se han realizado a temperatura ambiente. El registro de la evolución de la densidad de corriente frente al tiempo ha permitido determinar el coeficiente de difusión utilizando la expresión 2 de acuerdo con la normativa ASTM G148 [2].

$$D_{eff} = \frac{d^2}{6t_{0.63}} \quad (2)$$

donde d es el espesor de la probeta, $t_{0.63}$ es el tiempo de espera definido como el tiempo necesario para alcanzar el 63% de la corriente máxima.

La Figura 1. muestra la curva de permeación normalizada para los tres aceros. Se puede observar claramente la mayor difusión del hidrógeno en el acero S355, mientras que el H8 necesita aproximadamente 2 horas y el WM 8 horas para alcanzar la intensidad máxima. Los resultados muestran que el S355, H8 y WM tienen un valor de D_{eff} igual a 130, 8.5 y 1.1 x10⁻¹¹m²/s respectivamente.

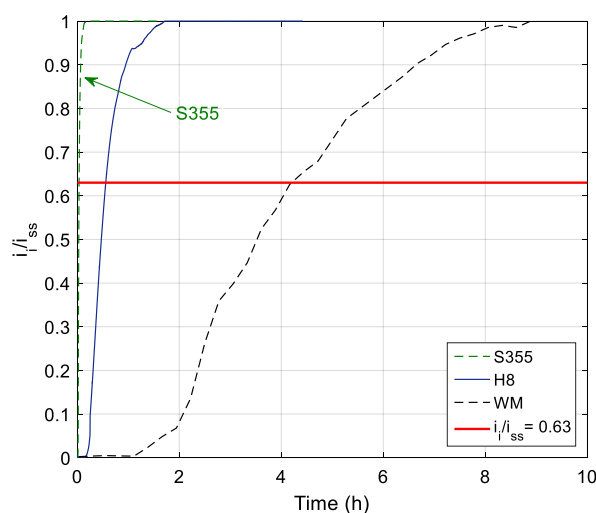


Figura 1. Ensayos de permeación.

Tabla 1. Calendario de envío de comunicaciones para el 37 Congreso del Grupo Español de Fractura 2021

Steel	Hardness	Tensile			
	HB	σ_{YS} (MPa)	σ_u (MPa)	e (%)	RA (%)
S355	145 ± 3	386 ± 1	472 ± 2	32 ± 0.14	77 ± 1
H8	285 ± 4	790 ± 8	857 ± 10	21 ± 0.51	68 ± 2
WM	360 ± 9	1019 ± 21	1120 ± 1	17 ± 0.11	57 ± 1

Tabla 2. Resultados de desorción

Acero	Gaseosa (wppm)		Electrolítica (wppm)		C_T (wppm)
	C_{H0}	C_{Hdiff}	C_{H0}	C_{Hdiff}	
S355	0.63	0.18	0.55	0.10	0.45
H8	1.30	0.70	2.20	1.60	0.60
WM	2.20	1.10	5.20	4.10	1.10

ANÁLISIS DE LA FRAGILIZACIÓN POR HIDRÓGENO

3.1. Ensayos estándar de fractura

Los ensayos estándar de fractura se han realizado utilizando probetas de flexión en tres puntos, SEN(B). Las dimensiones de estas probetas son de un ancho de $W = 17.5$ mm, un espesor, $B = 10$ mm, una longitud, $L = 80$ mm y una grieta de 4 mm. De acuerdo con la normativa ASTM 1820 las probetas fueron prefatigadas ($R=0.1$) hasta obtener una relación $a/W=0.5$. Posteriormente las probetas fueron entalladas lateralmente hasta alcanzar un espesor neto final, $B_N = 7.3$, excepto en el WM en el que no es necesario debido a su comportamiento frágil.

Los ensayos de fractura fueron realizados en las probetas no precargadas con hidrógeno con un desplazamiento lineal de 0.1 mm/min. Por otro lado, debido a que la fragilización por hidrógeno aumenta con la disminución de la velocidad de ensayo, las muestras precargadas fueron ensayadas a una velocidad 100 veces inferior (0.001 mm/min). El crecimiento de grieta fue determinado mediante el método de la flexibilidad. El valor de la tenacidad, J , fue calculado, en los puntos donde se realiza la carga y descarga, como la suma de la componente elástica y plástica. Finalmente, el parámetro obtenido de los ensayos ha sido la tenacidad a fractura, J_{IC} , calculada cuando el crecimiento de la grieta es estable y tiene un valor de 0.2 mm de acuerdo con la normativa ASTM 1820 [3].

La Figura 2 muestra el efecto de la precarga gaseosa en las curvas $J-R$ de los tres aceros analizados. En el caso del acero S355 y H8 el hidrógeno afecta claramente a la curva. Por otro lado, debido a su gran fragilidad, el acero WM no puede ser representado como curva $J-R$ por lo que se ha representado la carga frente a la apertura de la

boca de la entalla o CMOD. En este acero se ha determinado el valor K_{Ic} .

Los valores obtenidos tanto para las probetas al aire como para las precargadas con hidrógeno se muestran en la Tabla 3. Se puede observar como el hidrógeno reduce la tenacidad en todos los aceros analizados en mayor o menor medida, pero en especial en el H8, aunque el WM sigue siendo el más frágil de todos los materiales.

Tabla 3. Resultados de ensayo de fractura estándar

Material	J_{IC} (kJ/m ²)	$J_{IC(H)}$ (kJ/m ²)	HEI (%)
S355	750 ± 20	247 ± 14	67
H8	450 ± 15	40 ± 18	91
WM	22 ± 5 ⁽¹⁾	*8 ± 3 ⁽¹⁾	64

(1) Calculated using $J_{IC} = K_{Ic}^2 \cdot (1 - \nu^2)/E$

Además, se ha obtenido a partir de los mismos ensayos la evolución del CTOD frente al crecimiento de grieta o curva CTOD-R. Para ello se ha utilizado la expresión mostrada a continuación [4]:

$$\delta = \delta_{el} + \delta_p = \frac{K_I^2}{m\sigma_{YS}E} + \frac{r_p(W - a)v_p}{r_p(W - a) + a} \quad (3)$$

donde K_I es el factor de intensidad de tensiones, E el módulo elástico, r_p el factor de rotación plástico ($r_p=0.44$), v_p es la parte plástica de la apertura del extensómetro y m es un parámetro dependiente de la geometría ($m=2$). Al igual que en el caso anterior se ha determinado el parámetro crítico de CTOD como el punto donde la grieta tiene un crecimiento de 0.2 mm. En este caso se pudo observar que los valores obtenidos eran menores que en el caso de las curvas $J-R$ con un HEI igual a 17%, 83% y 50 para el S355, H8 y WM, respectivamente.

También se realizó un análisis de la superficie de fractura de las probetas ensayadas. En el caso del acero S355 y H8 al aire muestran una superficie dúctil con microhuecos, en el caso del WM se observa un predominio de la fractura frágil con clivajes. Bajo condiciones de hidrógeno interno el acero S355 mantiene una fractura dúctil, sin embargo, en los otros dos aceros se ha observado un cambio en los micromecanismos, en

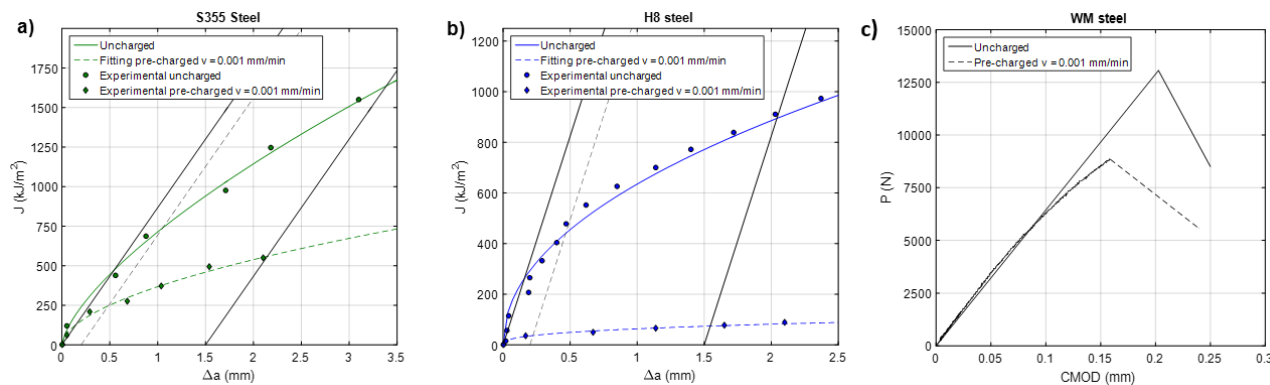


Figura 2. Ensayos estándar de fractura. a) S355; b) H8; c) WM

el caso del WM se han observado zonas con fractura intergranular mientras que en el acero H8 se pudo observar un cambio drástico de toda la superficie desapareciendo los microhuecos y únicamente mostrando clivajes.

3.2 Small punch test en probetas entalladas

El ensayo SPT se ha llevado a cabo utilizando un utillaje estándar, pero sobre probetas entalladas. El utillaje estándar consta de un punzón con una cabeza semiesférica de 2.5 mm, una matriz inferior con un agujero de 4 mm de diámetro y un chaflán de 0.2 mm. Para aumentar el efecto del hidrógeno se realizó una entalla longitudinal no pasante en la superficie de las probetas SPT con una relación $a/t=0.3$. La carga fue aplicada utilizando una máquina de ensayos equipada con una célula de carga de 5 kN de capacidad y un extensómetro tipo COD para la medición del desplazamiento del punzón. Todos los ensayos fueron realizados en condiciones de laboratorio a temperatura ambiente. Las probetas sin hidrógeno fueron ensayadas a una velocidad de 0.2 mm/min, mientras que las probetas precargadas se ensayaron a 0.02 mm/min permitiendo la difusión del hidrógeno a la zona de proceso. Al final del ensayo se calculó la energía como el área de debajo de la curva para el punto de máxima carga, W_{SPT} . Como con las probetas SEN(B) se ha analizado el CTOD para esta geometría de probeta de acuerdo con lo descrito en [5]. Como la medición de este parámetro durante el ensayo no es posible se ha tenido que realizar ensayos interrumpidos para la máxima carga y posteriormente realizar la medición de la anchura de la entalla en el microscopio electrónico de barrido (SEM). La diferencia entre la anchura inicial, Δ_I , y la final, Δ_F , es lo que se denomina, δ_{SPT}

$$\delta_{SPT} = \Delta_F - \Delta_I \quad (4)$$

La Figura 3 muestra las curvas SPT obtenida para los tres aceros con y sin hidrógeno usando los dos métodos de precarga ya mencionados (gaseoso y catódico). La energía de fractura del SPT, W_{SPT} , proveniente de las curvas se ha dividido por el cuadrado del espesor de las probetas. La Tabla 4 muestra los resultados de los HEIs obtenidos a partir de esta metodología. En esta ocasión el WM es el acero que más ha fragilizado, mostrando un 60% en el caso de carga gaseosa y de un 81% en probetas precargadas catódicamente. Los otros dos aceros prácticamente no han sufrido fragilización, en especial con la precarga gaseosa.

En las probetas ensayadas también se realizó un análisis fractográfico. Todos los ensayos realizados al aire mostraban una rotura dúctil. Debido a la baja triaxialidad de este ensayo y su comportamiento biaxial, no es

suficiente para mostrar el comportamiento frágil del WM, que sí se veía en los ensayos con probeta SEN(B). Cuando el hidrógeno está presente, el modo de fallo del acero S355 y H8 no cambia manteniendo su comportamiento dúctil, sin embargo, en el caso del acero WM se observó una clara apariencia de fragilidad (clivajes) con grietas radiales.

Teniendo en cuenta que el hidrógeno precargado gaseosamente solo afectó al WM, el análisis del δ_{SPT} únicamente se realizó sobre las probetas precargadas con hidrógeno catódico. Los valores obtenidos de HEI han sido nulos en todos los aceros, incluido el WM que mostraba una gran fragilización como se observa en la Figura 3. Examinando la zona de las entallas de las probetas precargadas si se ha podido observar que en el caso del S355 y H8 las grietas se iniciaban en la zona de máxima tensión (zona central), mientras que en el caso de las no precargadas lo hacían en la zona de mayor deformación. En el caso del WM la fragilización es clara observando a parte de grietas radiales, zonas con fractura intergranular.

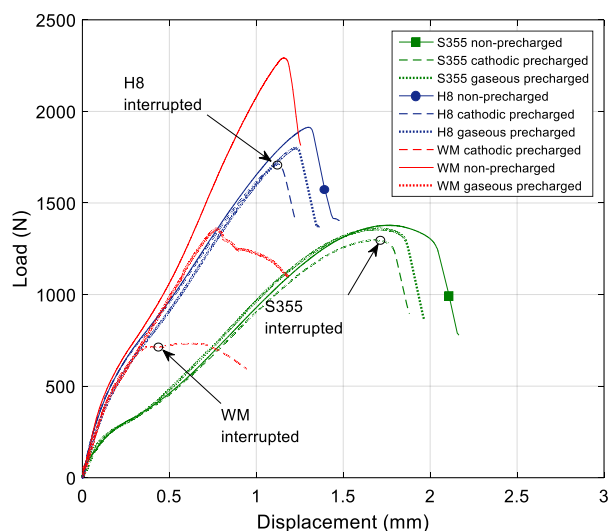


Figura 3. Curvas SPT: Carga-desplazamiento.

DISCUSIÓN

La fragilización producida en los tres aceros utilizando el ensayo de tenacidad a fractura estándar y el SPT fue analizada obteniendo diferentes índices de fragilización. Dos métodos de precarga fueron aplicados a las muestras SPT y de acuerdo con los datos obtenidos, la metodología de precarga gaseosa proporciona unos valores de fragilización muy inferiores si se comparan con la precarga catódica. Estos resultados pueden justificarse por diferentes razones como se expone a continuación. Utilizando el método de precarga gaseosa se introduce una gran cantidad de hidrógeno, sin embargo, una vez realizada es necesario reducir la temperatura hasta 80°C

Tabla 4. Resultados ensayo SPT

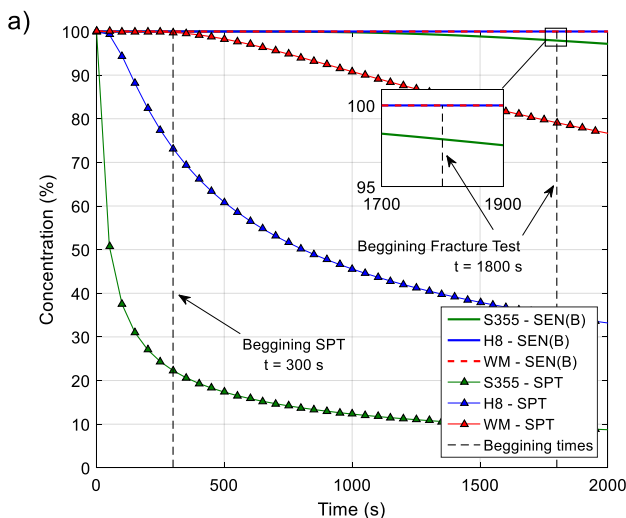
Material	Ambiente	Gaseosa		Catódica	
	W_{SPT}/t^2 (kJ/mm ²)	$W_{SPT}^{gaseous}/t^2$ (kJ/mm ²)	HEI (%)	$W_{SPT}^{cathodic}/t^2$ (kJ/mm ²)	HEI (%)
S355	11049 ± 301	10850 ± 569	1.8 ± 3.2	10080 ± 178	8.8 ± 1.6
H8	10784 ± 588	10220 ± 421	5.2 ± 4.3	8702 ± 489	19.3 ± 4.5
WM	7140 ± 180	2832 ± 211	60.4 ± 2.9	1334 ± 211	81.3 ± 2.6

para extraer las probetas del interior. Este procedimiento dura alrededor de 1 hora provocando una gran pérdida de hidrógeno y explicando la pequeña cantidad obtenida una vez es recibida en el laboratorio (Tabla 2).

Independientemente del método de precarga el tamaño de la muestra y el coeficiente de difusión también influyen en la cantidad de hidrógeno presente a la hora de realizar el ensayo. Utilizando la segunda ley de Fick, expresión (5) es posible estimar la variación de hidrógeno en el medio del espesor de la probeta, con el tiempo, utilizando el valor del coeficiente de difusión de cada uno de los materiales obtenido a partir de los ensayos de permeación.

$$C(x, t) = C_0 \cdot \operatorname{erf}\left(\frac{x}{2\sqrt{D_{eff}t}}\right) \quad (5)$$

La Figura 4.a muestra la evolución de la concentración de hidrógeno en el centro de la probeta para los tres aceros y los dos tipos de geometría. Como se puede observar en el caso del SPT y en especial del S355 existe una gran pérdida de hidrógeno en los primeros 5 minutos. Teniendo en cuenta que este tiempo es el necesario para limpiar la probeta, montarla en el utillaje y realizar el ensayo una gran cantidad de hidrógeno va a difundir fuera del espécimen durante la preparación. Sin embargo, en el caso de las probetas estándar se conserva prácticamente un 100% del contenido inicial para los tres aceros una vez comienza el ensayo. Por tanto, cabe destacar que el tiempo de preparación junto con el coeficiente de difusión del material son factores clave a la hora de interpretar los datos. La Figura 4.b muestra el perfil de concentración en el espesor de las probetas en el momento del inicio del ensayo, donde la relación de espesor está expresada como la relación entre la profundidad y el espesor total de la muestra. Mientras que en las muestras de fractura estándar (a excepción del S355) tienen prácticamente una concentración del 100% en más del 80% de su espesor, el SPT muestra unas concentraciones mucho más bajas, en especial el acero



S355 que apenas llega al 20%. Por tanto, para un mismo método de precarga la concentración de hidrógeno en el SPT va a ser menor durante el ensayo y por tanto la fragilización obtenida también. Además, se sabe que hidrógeno se concentra en zonas con gran tensión hidrostática, σ_H . Los ensayos con geometría SEN(B) tienen un valor de σ_H igual a 2.5 el valor del límite elástico del material, mientras que en el caso del ensayo SPT solamente se logra obtener un 1.1 veces el límite elástico. Para comprobar la influencia de esta tensión en el ensayo es necesario aplicar la expresión (6) que proporciona el valor de la concentración de hidrógeno en equilibrio en la punta de la grieta o entalla, C_{Heq} a partir del hidrógeno difusible, de la temperatura y del volumen parcial molar del hidrógeno V_H ($2 \cdot 10^{-6} \text{ m}^3/\text{mol H}$).

$$C_{Heq} = C_{Hdif} \cdot e^{(\sigma_H V_H / RT)} \quad (6)$$

La Tabla 5 muestra los resultados de aplicar esta ecuación a los diferentes casos teniendo en cuenta el hidrógeno difusible mostrado en la Tabla 2. El hidrógeno acumulado en la zona de proceso bajo la precarga gaseosa es mucho menor en las probetas SPT que en las estándar. Sin embargo, como en el caso de la precarga catódica el hidrógeno introducido es mayor, el hidrógeno acumulado en la zona de proceso de las muestras del H8 y WM con geometría SPT es similar al calculado para las probetas estándar a pesar de su mayor triaxialidad.

Tabla 5. Contenido de C_{Heq} para diferentes geometrías

Material	Ensayos estándar	Small Punch Test	
	Gaseous	Gaseous	Cathodic
S355	0.40	0.26	0.14
H8	3.62	1.44	3.30
WM	9.15	2.79	10.67

Otro punto importante en esta investigación ha sido el análisis del CTOD. Se ha podido observar como estos valores medidos sobre probeta estándar tiene un claro

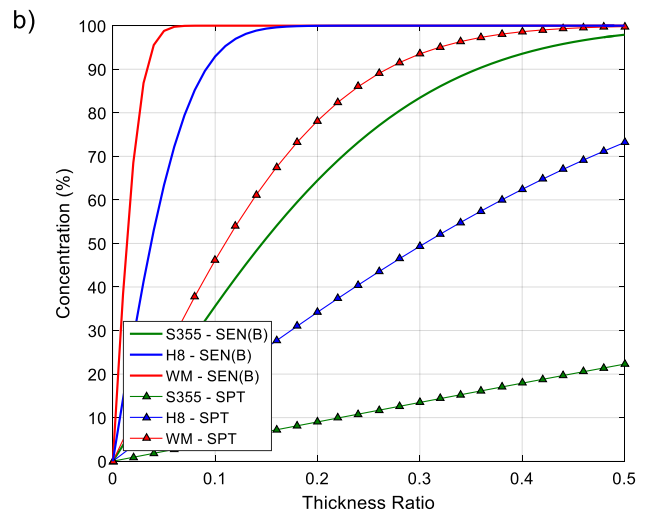


Figura 4.a) Evolución de la concentración de hidrógeno en el centro de la probeta; b) Perfil de concentración de hidrógeno al inicio del ensayo

descenso, pero en el caso de la probeta SPT no se observa ningún cambio en dicho valor para el momento de la carga máxima. El análisis de la evolución del δ_{SPT} frente al desplazamiento del punzón en varios aceros fue analizado en previos trabajos [5]. La Figura 5 muestra en líneas discontinuas la evolución del δ_{SPT} cuando comienza a crecer la grieta (la línea negra continua representa la respuesta a un material sin daño). Los puntos sin relleno muestran el δ_{SPT} experimental para la carga máxima, mientras que los puntos con relleno muestran los valores para las probetas precargadas catódicamente. Como se había mencionado la diferencia de δ_{SPT} para el punto de máxima carga es prácticamente nulo si se comparan las condiciones de aire y con precarga de hidrógeno, sin embargo, se puede observar que si existe un cambio en el desplazamiento del punzón. Este desplazamiento varía en función del tipo de acero analizado, como se puede ver, para los aceros H8 y S355 el cambio es muy pequeño, sin embargo, para el caso del WM si se observa una gran diferencia cuando está en presencia de hidrógeno interno. En este caso se puede deducir, viendo donde se encuentra el punto, que el hidrógeno provoca una aparición temprana de la grieta durante el ensayo. En todos los materiales se pudieron observar grietas de grandes dimensiones y sobre todo en el caso del WM lo que confirma una iniciación previa al punto de máxima carga. Basado en estos resultados se puede deducir que el SPT puede ser una buena opción de detección de la fragilización por hidrógeno cuando se mide la energía del mismo en el punto de fallo, pero la utilización del δ_{SPT} como parámetro de fractura no se recomienda, al menos para el punto de máxima carga porque el inicio de la grieta sucede previamente.

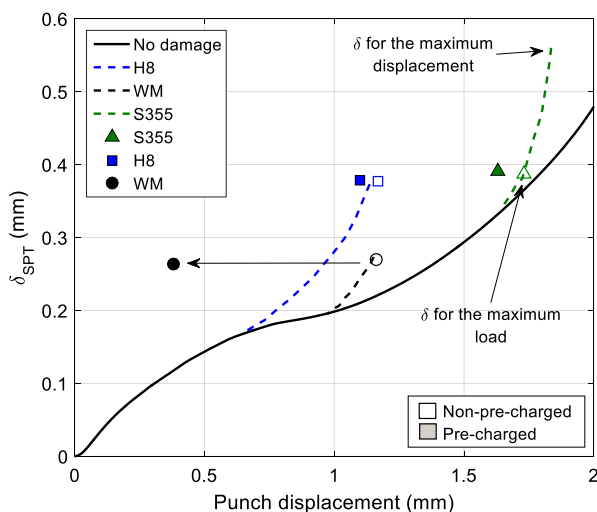


Figura 5. Curvas SPT: Carga-desplazamiento.

CONCLUSIONES

Dos tipos de ensayos fueron utilizados en este trabajo: ensayos de fractura estándar y SPT. Además, dos precargas fueron utilizadas para introducir hidrógeno en el interior de las probetas. En ambos casos criterios energéticos (J and W_{SPT}) y de CTOD fueron llevados a cabo junto con el uso del SEM.

Se observó la influencia de la microestructura en la difusión de hidrógeno en los aceros y como el coeficiente disminuía con el incremento de la dureza del material. Se pudo ver que la difusión es un factor clave en muestras de bajo espesor, teniendo en cuenta el tiempo de precarga y el inicio del ensayo mecánico. Por tanto, se recomienda la precarga catódica para probetas de bajo espesor y la carga gaseosa bajo presión y temperatura cuando se utilicen probetas de gran espesor. El efecto de la triaxialidad genera que la tensión hidrostática en la zona de proceso sea significativamente menor en el SPT frente a los ensayos estándar. Por otro lado, la utilización de la precarga catódica consigue una elevada concentración de hidrógeno difusible que logra una concentración equivalente, similar al del ensayo estándar. De todas formas, la baja triaxialidad característica del SPT justifica su menor fragilización. Utilizando ambos ensayos y el análisis fractográfico, se ha podido observar que la fragilización por hidrógeno en las muestras aumenta cuando se genera un cambio en el mecanismo de fallo (de dúctil a frágil). Este cambio se ha podido observar en ambos casos. Utilizando los ensayos de fractura estándar y la evaluación del CTOD se ha podido observar una reducción del valor HEI, aunque en el caso del SPT no es tan claro. La energía de fractura del SPT (W_{SPT}) puede ser utilizada como parámetro de fractura válido para la caracterización de la fragilización por hidrógeno en acero (teniendo en cuenta las limitaciones ya presentadas). Por el contrario, la utilización δ_{SPT} como parámetro de fractura no se recomienda al menos para el punto de máxima carga.

AGRADECIMIENTOS

A los autores desean agradecer la financiación recibida por el proyecto RTI2018-096070-B-C31. Los autores G. Álvarez y A. Zafra quieren también agradecer las becas Severo Ochoa PA-20-PF-BP19-087 y PA-18-PF-BP17-038. Por último, agradecer a los Servicios científico-técnicos de la Universidad de Oviedo por la disponibilidad del SEM JEOL-JSM5600.

REFERENCIAS

- [1] UNE-EN ISO 6892, Materiales metálicos Ensayo de tracción, (2017).
- [2] ASTM Standard G148 - 1997, (1997).
- [3] ASTM E 1820-01: Standard Test Method for Measurement of Fracture Toughness, 2001.
- [4] T.L. Anderson, FRACTURE MECHANICS Fundamentals and Applications, Angew. Chemie Int. Ed. (2001).
- [5] G. Álvarez, C. Rodríguez, F.J. Belzunce, T.E. García, Theor. Appl. Fract. Mech. 106 (2020).

INFLUENCIA DE LA MICROESTRUCTURA EN LOS MICROMECHANISMOS DE DAÑO DE ACEROS FUERTEMENTE TREFILADOS, EUTECTOIDES E INOXIDABLES DÚPLEX

M. Iordachescu¹, A Valiente¹, M de Abreu

¹ Departamento de Ciencia de Materiales
Escuela de Ingenieros de Caminos, Canales y Puertos. Universidad Politécnica de Madrid.
c/Profesor Aranguren s/n, Ciudad Universitaria 28040 Madrid-España

RESUMEN

El trefilado es un proceso de endurecimiento por deformación en frío que permite elevar el límite elástico y la resistencia del acero hasta el nivel necesario para pretensar ormigón, pero conlleva una fuerte orientación de la microestructura en la dirección de trefilado. La orientación microestructural y la composición física condicionan los micromecanismos y la resistencia del acero trefilado frente a procesos de daño progresivo activados por las cargas de trabajo, en combinación con otras acciones como la agresión del medio, las oscilaciones de carga o las cargas inducidas por ajustes constructivos. En este trabajo se comparan los micromecanismos de daño por fisuración y fragilización por hidrógeno en tres aceros trefilados de alta resistencia, uno eutectoide y dos inoxidable dúplex con diferente contenido de molibdeno. Los resultados obtenidos indican como las debilidades inducidas por el trefilado en cada microestructura, junto con las fases que las componen, propician físico-química y micromecánicamente los procesos de daño y explican las analogías y diferencias encontradas entre los tres aceros.

PALABRAS CLAVE: Acero de pretensar, Acero eutectoide, Acero inoxidable dúplex, micromecanismos de daño.

ABSTRACT

Cold-drawing is a manufacturing process to harden steel and rise its yield and tensile strength up to the levels required to concrete be prestressed. As a result the steel microstructure becomes strongly oriented along the drawing direction and largely influences, together with the intrinsic properties of the phases, the micro-mechanisms and the resistance of the cold-drawn steel concerning progressive damage processes propitiated by service loads in combination with singular actions as environmental aggression, cyclic loading and indirectly induced loading. In this work the damage micro-mechanisms concerning cracking and hydrogen embrittlement are compared for three cold-drawn, high strength steels: one of them eutectoid and the other two duplex stainless, with distinct molybdenum content. The obtained results explain the differences found between the three steels by revealing how the microstructure weaknesses induced by cold-drawing and the steel phases contribute chemically and micromechanically to the damage processes.

KEYWORDS: Prestressing steel, Eutectoid steel, Duplex stainless steel, damage micro-mechanisms

INTRODUCCIÓN

Los alambres y los cordones utilizados en la construcción de estructuras pretensadas y atirantadas como armaduras activas o tirantes de sujeción son en su gran mayoría de acero eutectoide fuertemente trefilado, y en menor medida templado y revenido. El acero de pretensar es vulnerable a los procesos de daño ambiental, pero la experiencia y la atención del fabricante, junto con una cuidada ejecución de obra y una vigilancia metódica son determinantes para reducir el riesgo de fallo por esta causa, quizás la mayor amenaza para este material.

El hormigón pretensado es una técnica constructiva relativamente joven, ya que las primeras patentes americanas

datan de finales de la década de 1920 [1]. En Europa, los pasos decisivos para trasladar las ideas de Freyssinet a la construcción de estructuras fueron dados a principios de la década de 1930 por la industria alemana como medida previa al rearme que precedió a la Segunda Guerra Mundial [2].

Durante los últimos 50 años, las estructuras pretensadas y atirantadas construidas con arreglo a criterios rigurosos de cálculo, diseño cuidadoso de detalles y buena práctica de ejecución han demostrado ser durables [3], pero los fallos por daño ambiental son procesos diferidos en el tiempo, y en las últimas décadas, especialmente en los últimos años, el número de casos hechos públicos ha crecido apreciablemente [4, 5, 6]. Los casos graves de fallo son pocos si

se comparan con el número de estructuras construidas, pero han ocurrido y están directamente relacionados con la acción ambiental sobre el acero de pretensar. Si a ello se une la creciente preocupación por un diseño estructural sostenible que asegure una vida útil de las estructuras cada vez más dilatada [7], se concluye que la mejora de las medidas de protección y vigilancia del acero de pretensar en servicio pueden no ser la solución y que es necesario explorar alternativas incluso al más fiable y utilizado de los aceros de pretensar actuales: el acero eutectoide fuertemente trefilado.

Siendo la sensibilidad a las acciones ambientales la razón que impulsa la búsqueda de alternativas al acero eutectoide, el acero inoxidable surge como la primera de ellas, sobre todo teniendo en cuenta que es susceptible de ser trefilado en frío hasta alcanzar los niveles de resistencia requeridos al acero de pretensar, y que de hecho se produce desde hace más de tres décadas para fabricar cables de alta durabilidad con uso industrial y naval [8]. El esfuerzo investigador dedicado a valorar las opciones del acero inoxidable trefilado como acero de pretensar es reciente y se ha centrado en evaluar la resistencia a la corrosión, a las picaduras y a la fragilización por hidrógeno en distintos medios [9–13]. Los resultados obtenidos coinciden en que la presencia de martensita en el acero es desfavorable, tanto como fase propia como inducida por transformación de la austenita al deformarse en el proceso de trefilado. Con ello, los aceros dúplex (austeno-ferríticos al 50 %), cuya fase austenítica es muy estable, adquieren ventaja sobre los austeníticos. No obstante, se observan entre ellos diferencias significativas en función del contenido de aleantes como el molibdeno, que operan precisamente como estabilizadores de la austenita y que influyen sensiblemente en el coste económico del acero.

La orientación microestructural inducida por el trefilado en los aceros de alta resistencia, tanto eutectoides como dúplex, desempeña un papel fundamental en los micro y macromecanismos de fallo que activan los procesos de daño asistidos por la acción ambiental y otras condiciones singulares de servicio del acero de pretensar. En este trabajo se comparan dichos mecanismos para tres aceros de alta resistencia trefilados como alambres de 4 mm de diámetro, dos de ellos suministrados como productos para la investigación de aceros dúplex con contenidos de molibdeno medio y bajo, y un tercero de acero eutectoide suministrado como acero de pretensar comercial.

MATERIALES

La tabla 1, la tabla 2 y la figura 1 muestran la composición química, las propiedades mecánicas en tracción y las curvas tensión-deformación de los tres alambres estudiados, cuyas denominaciones respectivas ES, DS y LDS se deben al acero con que están fabricados (eutectoide, dúplex y lean dúplex, por su bajo contenido de molibdeno). La figura 2 muestra las microestructuras de los tres aceros.

Las tres microestructuras carecen de orientación en los pla-

nos transversales del alambre: los granos de austenita (color gris claro) y de ferrita (color gris oscuro) de los aceros dúplex y las colonias perlíticas del acero eutectoide están aleatoriamente distribuidos, aunque con morfologías bien diferenciadas. La austenita del acero LDS es más continua y está menos subdividida que la del acero DS, mientras que las direcciones paralelas de las láminas de ferrita y cementita dentro de las colonias perlíticas cambian de una a colonia otra sin ninguna tendencia.

Tabla 1. Composición química de los aceros estudiados

Acero	C	Si	Mn	P	S	N	Cr	Mo	Ni
LDS 1.4482	0,02	0,61	4,09	0,019	0,001	0,11	19,80	0,35	1,89
DS 1.4462	0,02	0,35	1,64	0,030	0,002	0,19	22,35	3,24	4,79
ES Y1670C	0,74	0,19	0,52	0,013	0,026	-	-	-	-

Tabla 2. Propiedades mecánicas de los aceros estudiados

Acero	Módulo elástico GPa	Límite elástico MPa	Resistencia a tracción MPa	% máxima elongación uniforme	% reducción de área
LDS 1.4482	180	1350	1820	2,3	51
DS 1.4462	160	1420	1660	2,2	70
ES Y1670C	205	1640	1740	3,2	50

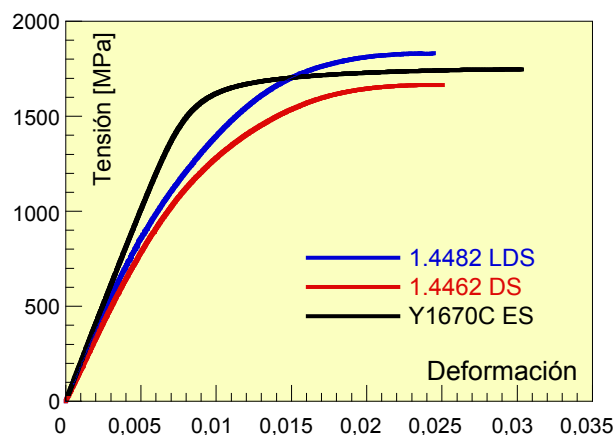


Fig. 1. Curvas tensión-deformación de los aceros estudiados

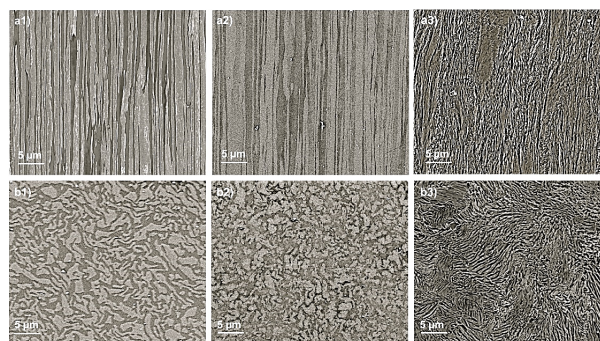


Fig. 2. Microestructura de los aceros LDS, DS y ES de izquierda a derecha, en planos axiales (arriba) y transversales (abajo)

En los planos axiales, la orientación según la dirección del trefilado es total en los aceros dúplex y muy acusada en el acero eutectoide. Las láminas ferrita y cementita en un caso y los alargados granos de austenita en el otro son paralelos al eje del alambre. La diferencia entre los dos aceros dúplex se invierte respecto a la observada en los planos transversales: la austenita del acero DS es ahora más continua que la del acero LDS. Las tres microestructuras son propias de materiales con anisotropía transversal inducida por el proceso de fabricación.

Los mecanismos de daño macro y microscópicos analizados y comparados en relación con las microestructuras de la figura 2 corresponden a procesos de carga a tracción de los alambres combinados con acciones singulares cualitativamente de servicio, pero cuantitativamente extremas: alambres debilitados por fisuras [14] o sometidos a ambientes fuertemente fragilizantes [11].

MECANISMOS DE FALLO EN ALAMBRES PREFISURADOS

El proceso de colapso a tracción de los alambres, ES, DS y LDS prefisurados transversalmente por fatiga a partir de una entalla mecánica, sigue las mismas pautas macroscópicas en los tres casos [12, 16]. El ligamento resistente se plastifica y el frente de fisura se redondea hasta la iniciación de una nueva fisura en el frente deformado, que extiende la de fatiga en la dirección axial del alambre a medida que el alargamiento de éste crece. La extensión deja de ser estable y da paso al colapso del alambre de modo distinto en el alambre eutectoide y en los alambres dúplex. En ambos casos la fractura final se propaga en ángulo desde el codo donde la fisura transversal se prolonga como fisura axial, pero lo hace abrupta y súbitamente en el acero eutectoide y tras alcanzar la inestabilidad plástica y producirse la estricción del ligamento resistente en los aceros dúplex. Los micromecanismos respectivos de propagación de la fractura son pseudo-clivaje y crecimiento y coalescencia de huecos. Las figuras 3, 4 y 5 muestran cortes metalográficos axiales de los tres alambres con los perfiles de fractura y del frente de la extensión de la fisura de fatiga, este último con la microestructura del acero realizada.

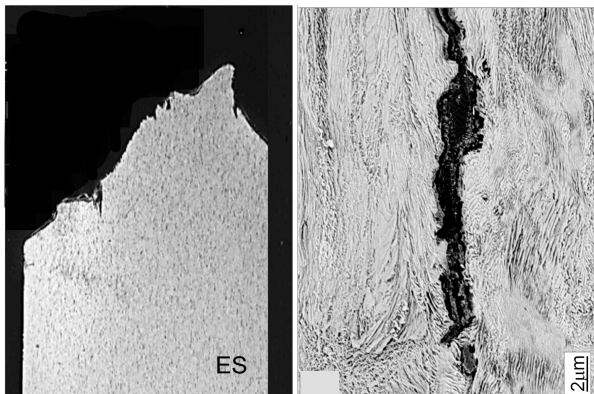


Fig. 3. Perfil de rotura a tracción y frente de fisuración axial de los alambres prefisurados de acero eutectoide

La similitud de los perfiles de las figura 3, 4 y 5 en el tra-

mo correspondiente a la propagación final de la fractura es engañosa, ya que los de los alambres dúplex son consecuencia de la estricción del ligamento resistente, que se observa perfectamente en la generatriz del alambre opuesta a la fisura de fatiga, y es inexistente en el alambre ES.

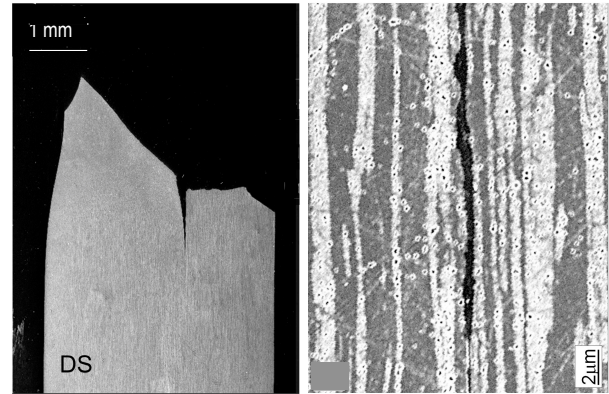


Fig. 4. Perfil de rotura a tracción y frente de fisuración axial de los alambres prefisurados de acero dúplex DS.

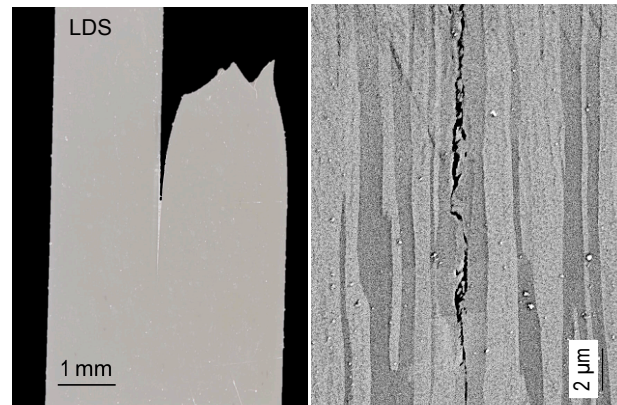


Fig. 5. Perfil de rotura a tracción y frente de fisuración axial de los alambres prefisurados de acero dúplex LDS.

Las figuras 3, 4 y 5 ponen de manifiesto la influencia de la microestructura en el proceso de fallo: la estratificación axial de las fases austenítica y ferrítica y la orientación asimétrica axial de las colonias perlíticas debilita la cohesión microestructural y reduce la tenacidad de fractura de los aceros a lo largo de los planos longitudinales del alambre. El avance rectilíneo de la fisura y la menor separación entre caras que se observa en el acero dúplex indican que la debilidad de sus planos axiales frente a los planos transversales es mucho más acusada que la del acero eutectoide. Estas características de la fisuración axial son consistentes con los micromecanismos que induce el trefilado y originan la debilidad. La fisuración axial del acero dúplex se produce por separación de las capas microestructurales a través de las interfases austeno-ferríticas, mientras que la del acero eutectoide tiene lugar siguiendo las fronteras entre colonias perlíticas, los bordes de los granos austeníticos previos y los apilamientos reticulares de dislocaciones en las láminas de ferrita [16]. Por consiguiente, el recorrido del frente de fisuración axial es microscópicamente más sinuoso en el acero eutectoide que en el acero dúplex, lo que conlleva una mayor resistencia al avance, es decir,

una mayor tenacidad. Paradójicamente, esta característica es desfavorable para la tolerancia al daño, porque la mayor longitud de la fisura axial proporciona al alambre dúplex deformabilidad lateral y aleja el frente de fisura del de fatiga original, con la consiguiente reducción de la concentración de tensiones. La facilidad que adquiere localmente el alambre para la deformación transversal permite el desplazamiento del ligamento resistente para alinear su centroide con la línea de la carga de tracción y no quedar sometido a momento flector. La carga del ligamento únicamente a tracción, unida a la alta capacidad de deformación plástica del acero, hace que la distribución de tensiones se haga uniforme y a que falle por agotamiento plástico e inestabilidad en tracción simple [11, 12]. En cambio, la mayor tenacidad axial del alambre eutectoide dificulta y limita la fisuración axial a partir de la fisura de fatiga. La fractura también se produce después del agotamiento plástico del ligamento resistente, pero éste ocurre en flexotracción por la ausencia de deformaciones laterales del alambre capaces de modificar el momento flector soportado por el ligamento en ausencia de fisuración axial. Como consecuencia, la tolerancia al daño de los alambres dúplex prefisurados es mayor que la del alambre eutectoide, si se mide en términos de la pérdida porcentual de capacidad de carga a tracción respecto al alambre sin daño [11, 12].

La diferencia entre los dos alambres dúplex radica en la menor tenacidad axial del alambre LDS, que da lugar a longitudes de fisuración axial precursoras de la fractura muy superiores, especialmente si la carga de tracción se aplica incrementado muy lentamente el alargamiento del alambre. De hecho, la lejanía entre la fractura y la fisura de fatiga previa no permite incluir esta última en el perfil del alambre LDS mostrado en la figura 5.

MECANISMOS DE FALLO EN ALAMBRES FRAGILIZADOS POR HIDRÓGENO

El daño que la fragilización por hidrógeno genera en los tres tipos de alambres ensayados se ha materializado mediante la realización de ensayos FIP de corrosión bajo tensión [17], preceptivo para alambres de acero de pretensar. En este ensayo, el alambre se somete a una carga de tracción igual al 80 % de su capacidad de carga mientras permanece inmerso a 50°C de temperatura en una solución acuosa de tiocianato amónico al 80 %. El resultado del ensayo es el tiempo de vida del alambre, cuyos valores mínimo y medio deben ser superiores a 2 y 5 horas, respectivamente [18]. Los resultados obtenidos con los tres tipos de alambres ensayados se indican en la tabla 3. Todos los ensayos de alambres de acero dúplex DS fueron interrumpidos sin que el alambre colapsara.

Tabla 3. Resultados de los ensayos de fragilización por hidrógeno

Acero	Número de ensayos	Vida mínima (horas)	Vida media (horas)
LDS (1.4482)	6	85	110
DS (1.4462)	3	> 214	> 238
ES (Y1670C)	4	5	7

De acuerdo con los resultados de la tabla 3, los alambres de acero dúplex DS son inmunes al daño por fragilización por hidrógeno. Para descartar que dichos resultados fuesen una limitación del método FIP, se realizaron dos ensayos adicionales con estos alambres incorporando una fisura de fatiga como alternativa a la ausencia de daño. La carga de tracción aplicada fue el 80% de la capacidad de carga de los alambres en estado de prefisuración, hallada empíricamente mediante los ensayos descritos en el apartado anterior. Ambos ensayos fueron interrumpidos sin que el alambre colapsara, tras superar 189 y 239 horas respectivamente. Una vez desmontados los ensayos, los alambres fueron rotos a tracción en ambiente inerte, no constatándose ninguna pérdida significativa de capacidad resistente por efecto del ensayo FIP [15].

El mecanismo macroscópico de fallo de los alambres de acero eutectoide y de acero dúplex LDS colapsados en el ensayo FIP coincide parcialmente. La figura 6 muestra los perfiles de fractura de ambos alambres. En los dos casos se forma una fisura de superficie que crece progresiva e irregularmente hacia el interior del alambre con la asistencia del medio. En el alambre eutectoide este crecimiento subcrítico queda interrumpido por la propagación inestable de la fractura, que causa el colapso del alambre cuando la fisura ha penetrado unas décimas de milímetro en el acero. Esto indica que la disminución local de la tenacidad de fractura del acero debida a la fragilización por hidrógeno contribuye al fallo, predominando incluso sobre la fisuración asistida. En el alambre dúplex es el crecimiento axial de la fisura, con ligera inclinación hacia el eje, la causa de alteración del crecimiento subcrítico. La inclinación hace disminuir el ligamento resistente hasta que colapsa por inestabilidad y estricción, como puede verse en el perfil de la figura 6, cuando la carga aplicada coincide con la de agotamiento plástico.

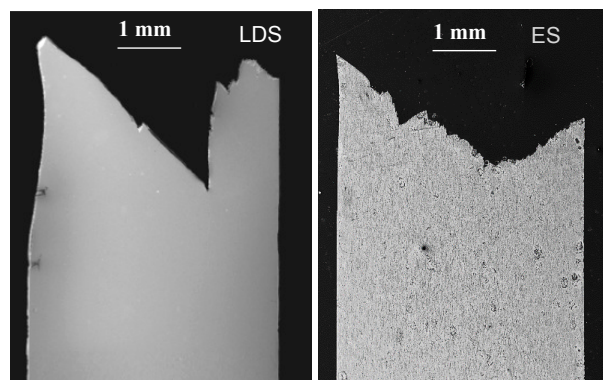


Fig. 6. Perfiles de rotura de los alambres de acero eutectoide y dúplex LDS en el ensayo FIP de fragilización por hidrógeno

Las fisuras secundarias revelan los micromecanismos de fisuración subcrítica. En la figura 7 puede verse un corte metalográfico de un alambre eutectoide colapsado en el ensayo FIP. El corte contiene una fisura secundaria y un detalle de la misma con la microestructura realzada. Se observa como el proceso de trefilado orienta las colonias perlíticas en la dirección del eje del alambre, creando con ello focos de concentración de tensiones residuales y de acu-

mulación de hidrógeno en las confluencias de los bordes de grano austenítico previos a la formación de la perlita. El hidrógeno procedente del medio agresivo es absorbido por el alambre cargado a tracción y fluye hacia esos focos debilitando hasta la rotura la ferrita que separa focos contiguos. La repetición escalonada de este proceso produce la fisuración subcrítica con trayectorias de crecimiento que siguen mayoritariamente los límites de las colonias, pero que ocasionalmente las atraviesan. A medida que la fisura subcrítica progresa hacia el interior del alambre se desvía de la sección transversal donde se ha iniciado y se orienta paralelamente al eje del alambre siguiendo la tendencia de los bordes de las colonias perlíticas.

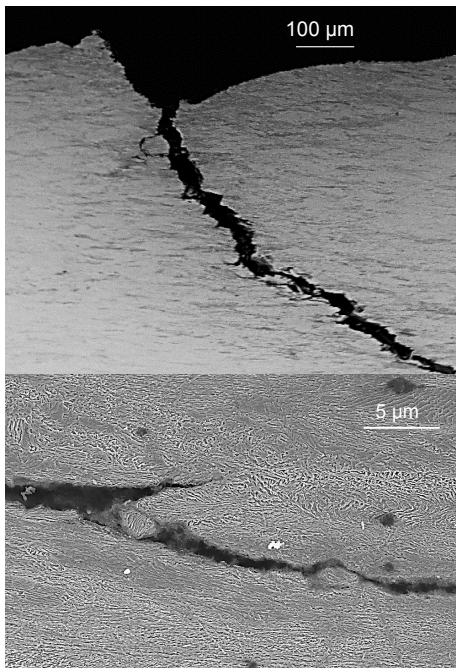


Fig. 7. Fisuración secundaria de los alambres de acero eutectoide en el ensayo FIP de fragilización por hidrógeno

La figura 8 ilustra el micromecanismo de fisuración subcrítica del acero dúplex LDS en un corte metalográfico de un alambre colapsado en el ensayo FIP, que contiene fisuras secundarias en distintas fases de desarrollo. El proceso comienza con la disolución anódica de los granos de ferrita por la acción del hidrógeno a lo largo de las interfases ferrita/austenita próximas a la superficie. De ahí se extiende a otras más profundas cuando el hidrógeno atrapado en las interfases con la ferrita ya disuelta debilita los granos austeníticos hasta que rompen por sobrecarga. De este modo el hidrógeno que el medio suministra puede penetrar transversalmente en el alambre y proseguir la disolución de la ferrita en interfases más profunda (figura 8a). La acción del hidrógeno se desdobra entre la microfisuración axial por disolución de la ferrita y la microfisuración transversal por rotura de la austenita, hasta que el concentrador de tensiones creado en el frente de fisura (Figura 8b) acapara la absorción de hidrógeno. Cuando la fisura transversal alcanza el tamaño suficiente para que la acción mecánica del campo de tensiones del frente supere la resistencia de la interfase sin la contribución del hidrógeno, la fisu-

ra transversal avanza axialmente por las interfases y se detiene al quedar el nuevo frente libre del campo de tensiones del antiguo (Figura 8c). Esta secuencia de daño concuerda con los resultados de otras investigaciones [19], donde se concluye que la disolución selectiva de la ferrita y las trampas de hidrógeno en la interfase austenita-ferrita determinan la susceptibilidad a la corrosión bajo tensión inducida por hidrógeno en los aceros inoxidable dúplex.

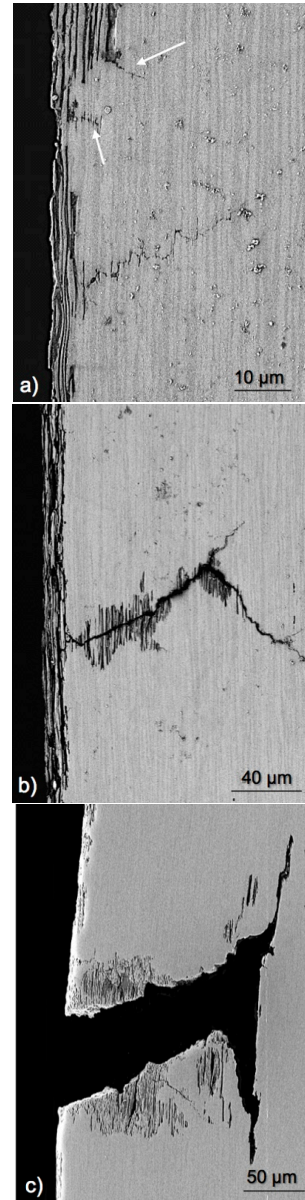


Fig. 8. Fisuración secundaria de los alambres de acero dúplex LDS en el ensayo FIP de fragilización por hidrógeno

CONCLUSIONES

La microestructura inducida por el trefilado en frío explica los micromecanismos de fisuración crítica y subcrítica. La estratificación axial de las fases ferrítica y austenítica en los aceros dúplex y la orientación axial de las colonias perlíticas en el acero eutectoide inducen una fuerte anisotropía de la tenacidad de fractura que debilita la resistencia a la fisuración axial de los alambres, más moderadamente en

los de acero eutectoide que en los de acero dúplex. A causa de la baja tenacidad de los planos axiales, el colapso a tracción de los alambres es precedido por la propagación axial de las fisuras preexistentes, que propicia el agotamiento plástico del ligamento resistente y su posterior fallo por fractura inestable en el acero eutectoide y por inestabilidad plástica y estricción en los aceros dúplex.

La fisuración subcrítica asistida por el medio es activada por la carga de tracción de los alambres y por la absorción del hidrógeno generado por el medio agresivo. En el acero eutectoide y en el acero dúplex 1.4482 el hidrógeno fragiliza, debilita y microfisura selectivamente la matriz microestructural desde las singularidades donde se acumula. En el acero dúplex 1.4482 lo hace en las interfaces austeno-ferríticas, desde donde disuelve anódicamente la ferrita y debilita la austenita, dando lugar respectivamente a la microfisuración axial y transversal. La fisuración asistida transversal se transforma en axial cuando ambos micro-mecanismos dejan de operar sinérgicamente para que el segundo sea dominante. La fisuración asistida no se inicia en el acero dúplex 1.4462 porque el contenido de aleantes, en particular de molibdeno, evita que el hidrógeno debilite las interfases austeno-ferríticas. En el acero eutectoide el hidrógeno se acumula en las intersecciones de los granos austeníticos previos y la fisuración subcrítica se produce por rotura a través de láminas de cementita y bordes de colonias perlíticas.

AGRADECIMIENTOS

Los autores agradecen la financiación recibida a través del proyecto RTI2018-097221-B-I00, así como la ayuda del INOXFIL S.A. por el suministro de los aceros inoxidables dúplex trefilados de alta y baja aleación.

REFERENCIAS

- [1] D. Gasparini, *The Prestressing of Structures: a Historical Review*, Proceedings of The Second International Congress on Construction History: 1221-1232, Cambridge U.K., 2006.
- [2] D. Grote, *The story of prestressed concrete from 1930 to 1945: A step towards the European Union*, Proceedings of The First International Congress on Construction History: 1370-1376, Madrid, 2003.
- [3] U. Nürnberger, *Reasons and prevention of corrosion-induced failures of prestressing steel in concrete*, Int. J. Structural Engineering, 1: 29-39, 2009.
- [4] M. Morgese, F. Ansari, M. Domaneschi, G. P. Cimellaro, *Post-collapse analysis of Morandi's Polcevera viaduct in Genoa Italy*, Journal of Civil Structural Health Monitoring, 10:69-85, 2020.
- [5] A. Valiente, M. Iordachescu, A. Aznar, M. de Abreu *Damage tolerance of the prestressing steel in a bridge stay-cable after thirty years of service in a graded, extremely adverse environment*, Construction and Building Materials, 285, 122945, 2021.
- [6] M. Iordachescu, A. Valiente, M. de Abreu, *Effect of environmentally assisted damage on fatigue resistance of tie-down cables after 30 years of service in a cable-stayed bridge*, Engineering Failures Analysis, 2021, doi.org/10.1016/j.engfailanal.2021.105455.
- [7] FIB, *Acceptance of stay cable systems using prestressing steels*, Bulletin 30, 2005.
- [8] U. Nürnberger. *High Strength Stainless Steel-Alternative Materials for Tension Members in Civil Engineering*. Otto-Graf-Journal, 14: 45-66, 2003.
- [9] R. D. Moser, P. M. Singh, L. F. Kahn, K. E. Kurtis, *Chloride-induced corrosion resistance of high-strength stainless steels in simulated alkaline and carbonated concrete pore solutions*, Corrosion Science, 57: 241-253, 2012.
- [10] F. J. Recio, Y. Wu, M. C. Alonso, U. Nürnberger, *Hydrogen embrittlement risk in cold-drawn stainless steels*, Materials Science and Engineering A, 564: 57-64, 2013.
- [11] M. de Abreu, M. Iordachescu, A. Valiente. *Effects of hydrogen assisted stress corrosion on damage tolerance of a high-strength duplex stainless steel wire for prestressing concrete*. Construction and Building Materials, 66: 38-44, 2014.
- [12] M. Iordachescu, M. de Abreu, A. Valiente, *Effect of cold-drawn induced anisotropy on the failure of high strength eutectoid and duplex steel wires*. Engineering Failure Analysis, 56: 412-421, 2015.
- [13] B. Grimault, E. Chauveau, L. Gaillet, M. Drissi-Habti, T. Chaussadent, M. Mantel, *Comportement d'aciers inoxydables à hautes caractéristiques mécaniques vis-à-vis de la corrosion par piqûre et de la fragilisation par hydrogène*. Materiaux et Techniques, 100(2): 113-125, 2012.
- [14] A. Valiente, M. Iordachescu, *Damage tolerance of cold drawn ferritic-austenitic stainless steels wires for prestressed concrete*. Construction and Building Materials 36: 874-880, 2012.
- [15] M. de Abreu, M. Iordachescu, A. Valiente. *On hydrogen-induced damage in cold-drawn lean duplex wires*. Engineering Failure Analysis, 91: 516-526, 2019.
- [16] D. G. Enos, J. R. Sculley, *A Critical-Strain Criterion for Hydrogen Embrittlement of Cold-Drawn, Ultra-fine Pearlitic Steel*. Metallurgical and Materials Transactions A, 33: 1151-1166, 2002.
- [17] UNE-EN ISO 15630-3, *Aceros para el armado y el pretensado del hormigón. Métodos de ensayo. Parte 3: Aceros para pretensar*. AENOR, Madrid, 2011.
- [18] CEN-prEN 10138-2, *Prestressing steels 2: Wire*. Comité Europeo de Normalización, Bruselas, 2009.
- [19] S. S. M. Tavares, V. G. Silva, J. M. Pardal, J. S. Corte, *Investigation of stress corrosion cracks in a UNS S32750 superduplex stainless steel*. Engineering Failure Analysis, 35: 88-94, 2013.

ANISOTROPÍA DE LA FRAGILIZACIÓN POR HIDRÓGENO EN ACERO PERLÍTICO TREFILADO: RECORDANDO EL “CRISTO MUERTO” DE ANDREA MANTEGNA

Jesús Toribio

Grupo de Investigación en Fractura e Integridad Estructural (GIFIE), Universidad de Salamanca (USAL)
Campus Viriato, Avda. Requejo 33, 49022 Zamora, España
Correo-e: toribio@usal.es

RESUMEN

El trefilado progresivo de acero eutectoide produce una orientación preferente de las colonias perlíticas, así como de las láminas de ferrita/cementita, induciendo así anisotropía resistente en el acero y propagación en modo mixto. Mientras en el acero perlítico laminado en caliente (no trefilado) la microestructura está orientada aleatoriamente y la fisura progresa fracturando las láminas de ferrita & cementita, en los aceros fuertemente trefilados la microestructura está totalmente orientada, de modo que el mecanismo predominante de fragilización (degradación) por hidrógeno es la delaminación (o decohesión) de la interfaz ferrita/cementita. Se establece un vínculo entre la microestructura marcadamente orientada de los aceros fuertemente trefilados y su anisotropía frente a la fragilización por hidrógeno consistente en la deflexión del camino de fisuración asistida por hidrógeno con un ángulo próximo a los 90°, recordando así el famoso cuadro “*Cristo muerto*” de Andrea Mantegna.

PALABRAS CLAVE: pearlitic steel; cold drawing; microstructural orientation; hydrogen embrittlement; hydrogen-assisted micro-damage; HEDE.

ABSTRACT

Progressive cold drawing in eutectoid steel produces a preferential orientation of pearlitic colonies and ferrite/cementite lamellae, thus inducing strength anisotropy in the steel and mixed mode propagation. While in the hot rolled steel (not cold drawn) the pearlitic microstructure is randomly oriented and the crack progresses in hydrogen by breaking the ferrite/cementite lamellae, in heavily drawn steels the pearlitic microstructure is fully oriented and the predominant mechanism of hydrogen assisted cracking is the delamination (or decohesion) at the ferrite/cementite interface. A link is established between the oriented microstructure of the heavily cold drawn pearlitic steels wires and their anisotropy of hydrogen embrittlement behaviour associated with hydrogen assisted cracking path deflection with angle close to 90°, thereby resembling the Mantegna's “*Dead Christ*”.

KEYWORDS: pearlitic steel; cold drawing; microstructural orientation; hydrogen embrittlement; hydrogen-assisted micro-damage; HEDE.

1. INTRODUCCIÓN

Los alambres de acero perlítico trefilado son los componentes básicos de las estructuras de hormigón pretensado. Este artículo re-visita investigaciones previas del autor sobre anisotropía de la fragilización por hidrógeno (FH) influida por la microestructura.

2. ANISOTROPÍA MICROESTRUCTURAL

La fabricación de aceros de pretensado mediante trefilado progresivo (multi-paso) de acero perlítico induce *anisotropía microestructural (orientación)* en el material en lo que se refiere a colonias perlíticas [1-2] y láminas de ferrita/cementita [3-4].

3. ANISOTROPÍA RESISTENTE

Dicha orientación microestructural produce anisotropía resistente y, como consecuencia, deflexión del camino de fractura y fisuración en modo mixto. De este modo, la tenacidad de fractura se convierte en una propiedad direccional, como se muestra en la Fig. 1, cf. Ref. [5].

Los aceros débilmente trefilados exhiben un comportamiento isótropo en fractura con tenacidad de fractura única. Los fuertemente trefilados (con microestructura perlítica orientada) se comportan de forma anisótropa, de modo que la tenacidad de fractura en modo I, $K_{IC}(0^\circ)$ es mucho mayor que la asociada con un ángulo de deflexión de 90°, $K_{IC}(90^\circ)$, por delaminación en la dirección de trefilado.

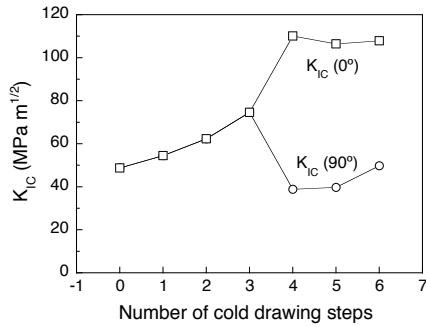


Fig. 1. Tenacidad direccional en aceros progresivamente trefilados [5].

4. ANISOTROPÍA DE LA FRAGILIZACIÓN POR HIDRÓGENO

4.1. Ensayos a deformación constante

En lo relativo a fragilización por hidrógeno (FH) de aceros perlíticos, los ensayos a deformación constante (EDC) permiten obtener la velocidad de fisuración asistida por hidrógeno (FAH).

El alambroón no trefilado (isótropo) exhibe la curva da/dt-K de la Fig. 2 [6]. El umbral es $K_{th} = 0.35 K_{IC}$. Para niveles superiores de K se produce una meseta gobernada por la FH (con da/dt $\approx 1.5 \times 10^{-7}$ m/s), después un incremento brusco hasta 10^{-3} m/s, y finalmente la fractura catastrófica.

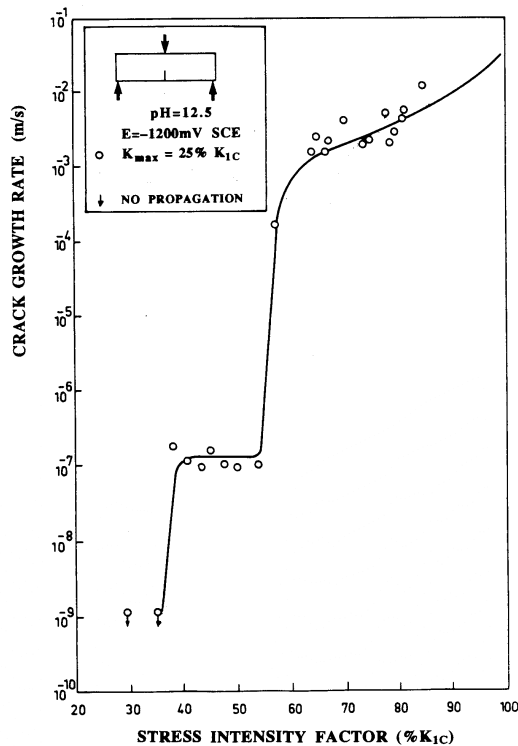


Fig. 2. Curva da/dt-K en alambroón isótropo [6].

Con respecto a los aceros fuertemente trefilados, el hecho más importante es el comportamiento anisótropo con fisuración en modo mixto, lo que impide obtener una curva da/dt-K. Para analizar el fenómeno, se midió el ángulo θ de propagación de la fisura como función del incremento de longitud de fisura Δa (Fig. 3, cf. [6]).

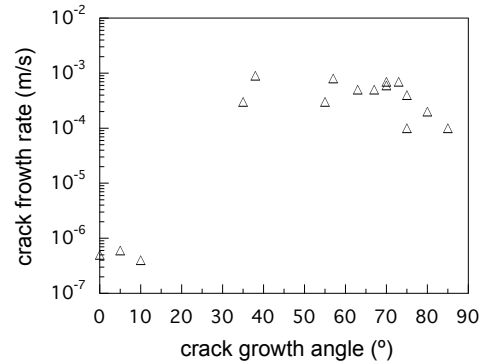


Fig. 3. Velocidad de fisuración en función del ángulo de propagación [6].

Para $\theta \approx 0^\circ$ es da/dt $\approx 3 \times 10^{-7}$ m/s, muy similar al caso del alambroón. Para ángulos entre $\theta \approx 40^\circ$ y $\theta \approx 90^\circ$ la velocidad de fisuración es da/dt $\approx 3 \times 10^{-4}$ m/s, i.e., tres órdenes de magnitud mayores que la de $\theta \approx 0^\circ$.

Así pues, aunque la resistencia a la FAH es similar en alambroón y acero trefilado en dirección transversal, éste último exhibe una dramática reducción de resistencia a la FAH en dirección longitudinal (delaminación asistida por hidrógeno).

4.2. Ensayos a velocidad de deformación constante

El comportamiento frente a la FH de aceros perlíticos progresivamente trefilados se estudió mediante ensayos a velocidad de deformación constante (EVDC) en muestra fisuradas [7-9]. La Fig. 4 muestra la evolución del perfil de fractura en FAH con el grado de trefilado.

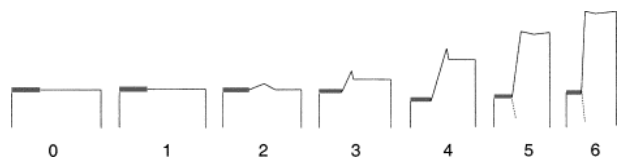


Fig. 4. Perfil de fractura en FAH para aceros perlíticos progresivamente trefilados [9].

Se observa un comportamiento frente a la FAH progresivamente anisótropo a medida que el grado de trefilado aumenta.

5. MICROMECAÁNICA DE LA FISURACIÓN ASISTIDA POR HIDRÓGENO EN EL MATERIAL FUERTEMENTE TREFILADO

5.1. Anisotropía del material

En esta sección se plantea un enfoque en el que se considera al acero perlítico trefilado como un material micro-compuesto (o nano-compuesto) laminado, con las láminas orientadas en la dirección de trefilado o eje del alambre. Este enfoque tiene consecuencias de naturaleza mecánica y química:

(i) *Anisotropía resistente (anisotropía mecánica)*, i.e., la tenacidad de fractura K_{IC} en función del ángulo de orientación: $K_{IC} = K_{IC}(\theta)$. En particular, la tenacidad de fractura en dirección perpendicular ($\theta=0^\circ$) y paralela ($\theta=90^\circ$) a la de las láminas de ferrita y cementita:

$$K_{IC\perp} = K_{IC}(\theta=0^\circ) \quad (1)$$

$$K_{IC\parallel} = K_{IC}(\theta=90^\circ) \quad (2)$$

la primera es la tenacidad para rotura de láminas, mientras que la última corresponde a la delaminación

Teniendo en cuenta razones microestructurales, puede asumirse que K_{IC} es claramente superior a $K_{IC\parallel}$, Fig. 1:

$$K_{IC\perp} \gg K_{IC\parallel} \quad (3)$$

(ii) *Anisotropía química*, i.e., el coeficiente de difusión de hidrógeno D en función del ángulo de orientación: $D = D(\theta)$. En direcciones paralela y perpendicular:

$$D_{\perp} = D(\theta=0^\circ) \quad (4)$$

$$D_{\parallel} = D(\theta=90^\circ) \quad (5)$$

Considerando de nuevo razones microestructurales, D_{\parallel} es claramente mayor que D_{\perp} , i.e.

$$D_{\parallel} \gg D_{\perp} \quad (6)$$

que indica que el hidrógeno tiende a difundirse primordialmente en la dirección $\theta=90$, cf. Fig. 5a.

5.2. Micromecánica de la fisuración asistida por hidrógeno (FAH)

En lo que se refiere a FAH, el mecanismo propuesto es el de delaminación asistida por hidrógeno, cf. Fig. 5b. La estructura laminar del acero (muy orientada) produce anisotropía química (difusión) y resistente.

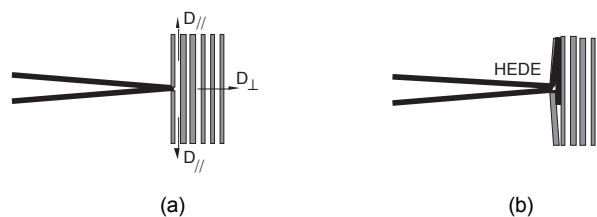


Fig. 5. Micromecanismo de FAH: (a) difusión de hidrógeno en direcciones longitudinal y transversal, (b) fractura por delaminación asistida por hidrógeno.

6. EPÍLOGO: UN TRIBUTO AL PINTOR ANDREA MANTEGNA

Los aceros fuertemente trefilados exhiben en su camino de FAH evidencia de comportamiento anisótropo en fractura con un ángulo de deflexión próximo a 90° . Esto sugiere el cuadro “Cristo muerto” de Andrea Mantegna, con un innovador cambio del punto y una perspectiva en escorzo, es decir, planteando una *rotación de 90°* con respecto a las perspectivas tradicionales.



Fig. 6. Andrea Mantegna: *Cristo muerto*.

Agradecimientos

Los autores agradecen la financiación proporcionada por las siguientes instituciones españolas nacionales: Ministerio de Ciencia y Tecnología (MICYT; Proyecto MAT2002-01831), Ministerio de Educación y Ciencia (MEC; Proyecto BIA2005-08965), Ministerio de Ciencia e Innovación (MICINN; Proyecto BIA2008-06810), Ministerio de Economía y Competitividad (MINECO; Proyecto BIA2011-27870), así como la institución regional Junta de Castilla y León (JCyL; Proyectos SA067A05, SA111A07 and SA039A08).

REFERENCIAS

- [1] Toribio, J., Ovejero, E., 1997. Microstructure Evolution in a Pearlitic Steel Subjected to Progressive Plastic Deformation. *Materials Science and Engineering A234-236*, 579-582.
- [2] Toribio, J., Ovejero, E., 1998a. Microstructure Orientation in a Pearlitic Steel Subjected to Progressive Plastic Deformation. *Journal of Materials Science Letters* 17, 1037-1040.
- [3] Toribio, J., Ovejero, E., 1998b. Effect of Cumulative Cold Drawing on the Pearlite Interlamellar Spacing in Eutectoid Steel. *Scripta Materialia* 39, 323-328.
- [4] Toribio, J., Ovejero, E., 1998c. Effect of Cold Drawing on Microstructure and Corrosion Performance of High-Strength Steel. *Mechanics of Time-Dependent Materials* 1, 307-319.
- [5] Toribio, J., 2002. A Fracture Criterion for High-Strength Steel Cracked Bars. *Structural Engineering and Mechanics* 14, 209-221.
- [6] Toribio, J., Lancha, AM., 1998. Anisotropic Stress Corrosion Cracking Behaviour of Prestressing Steel. *Materials and Corrosion* 49, 34-38.
- [7] Toribio, J., Ovejero, E., 1999. Micromechanics of Hydrogen Assisted Cracking in Progressively Drawn Steels. *Scripta Materialia* 40, 943-948.
- [8] Toribio, J., Ovejero, E., 2001. Microstructure-Based Modelling of Hydrogen Assisted Cracking in Pearlitic Steels. *Materials Science and Engineering A319-321*, 540-543.
- [9] Toribio, J., Ovejero, E., 2007. Hydrogen Assisted Cracking in Progressively Drawn Pearlitic Steel. *Corrosion Science* 49, 3539-3556.

EVALUACIÓN DEL DAÑO POR HIDRÓGENO DURANTE EL PROCESO DE "BRUSH PLATING"

M. Bravo¹, Y. Sánchez¹, A. Monsalve²

¹ Academia Politécnica Aeronáutica, Fuerza Aérea de Chile.

² Departamento de Ingeniería Metalúrgica, Facultad de Ingeniería, Universidad de Santiago de Chile.
Av. L. B. O'Higgins 3363, Santiago, Chile

RESUMEN

Una de las formas de reparar piezas dañadas de acero en el mundo aeronáutico, consiste en someter las partes dañadas de dichas piezas a un proceso de "Brush Plating", en el cual se recubre localmente la zona dañada con un metal a través de un proceso electrolítico. Dado que este método supone el empleo de reactivos con pH ácido, se corre el riesgo de contaminar los aceros con hidrógeno, con el consiguiente deterioro de las propiedades mecánicas, fenómeno conocido como daño por hidrógeno. Este daño imposibilita que el proceso de reparación pueda ser certificado, teniendo en cuenta los altos estándares de calidad que exige el mundo aeronáutico. Para resolver este problema, en el presente trabajo se aplicaron los procedimientos descritos en la normas ASTM F1624 (método de carga incremental), con el fin de evaluar el posible daño por hidrógeno, al cilindro el tren de aterrizaje de la aeronave C-130 "Hércules". Para ello se realizaron las pruebas de carga incremental a probetas del acero del tren de aterrizaje sometidas a brush plating y se compararon con probetas sometidas a carga de hidrógeno, registrándose daño por hidrógeno sólo en estas últimas. Se pudo validar así el proceso de reparación denominado "Brush Plating".

PALABRAS CLAVE: Daño por hidrógeno, Brush Plating, Carga incremental, Fragilización

ABSTRACT

One kind to repair damaged pieces of steel in the aeronautical world, consists of subjecting the damaged parts of these pieces to a process called "Brush Plating", in which the damaged area is locally covered with a metal through an electrolytic process. Since this method involves the use of reagents with low pH, there is a risk of contaminating the steels with hydrogen, with the consequent deterioration of the mechanical properties, a phenomenon known as hydrogen damage. This possible damage makes it impossible for the repair process to be certified, taking into account the high quality standards demanded by the aeronautical world. To solve this problem, in the present work the procedures described in the ASTM F1624 standards (incremental load step) were applied, in order to evaluate the possible damage by hydrogen, to the cylinder of the landing gear of the C-130 aircraft "Hercules". For this, incremental load tests were carried out on landing gear steel specimens subjected to brush plating and these values were compared with specimens subjected to hydrogen loading, registering hydrogen damage only in the latter. The repair process called "Brush Plating" was thus validated.

KEYWORDS: Hydrogen damage, Brush plating, Incremental step loading, Embrittlement

INTRODUCCIÓN

El ingreso de hidrógeno en un metal puede producir diversos tipos de daño [1,2]. La Fuerza Aérea de Chile acude a la Empresa Nacional de Aeronáutica (ENAER) para recibir apoyo en cuanto al mantenimiento de depósito de las diferentes aeronaves y sus componentes, como por ejemplo el conjunto del tren de aterrizaje de la

aeronave C-130 Hércules, el cual presenta piquetes y pérdidas de recubrimiento debido a las grandes cargas mecánicas y roces que experimenta al momento del aterrizaje, ya que es la estructura encargada de absorber la energía cinética producida por el impacto.

Considerando el tipo de daño, actualmente se destacan dos técnicas que se emplean para reparar dichos

deterioros. La primera consiste en remover la pieza dañada para luego sumergirla totalmente en un baño de soluciones químicas con el propósito de recuperar su estado original, lo que conlleva la inversión de una gran cantidad de tiempo y un elevado gasto hombre-hora.

La segunda técnica de reparación se denomina “Brush Plating” [3,4] y consiste en la adhesión de partículas metálicas a la pieza dañada mediante un método electrolítico selectivo, con la finalidad de rellenar daños y restaurar el recubrimiento, sin necesidad de sumergir o cubrir toda la superficie de la pieza, brindando así una gran eficiencia, tanto en tiempo de realización como en su costo, siendo así el método ideal para poder solucionar una gran cantidad de daños.

Sin embargo, existe la interrogante en cuanto a las consecuencias que puede traer la ejecución de la reparación, ya que dentro de la normativa referente al “Brush Plating” se establece que en aceros con dureza igual o menor a 36 HRC se garantiza que no existirá fragilización por hidrógeno, pero particularmente el material con el que se fabrica la estructura del cilindro cromado del tren de aterrizaje (Piston Assembly) de la aeronave C-130 Hércules, posee una dureza mayor, por lo tanto existe la duda en cuanto a los efectos adversos que conlleva la reparación, ya que la pieza podría presentar fragilización por hidrógeno, lo que se traduce en una disminución de sus propiedades mecánicas y en una posible falla de la pieza [5,6].

El propósito del presente trabajo es evaluar la factibilidad de aplicar el tratamiento de “Brush Plating” al cilindro del tren de aterrizaje de la aeronave C-130 Hércules, mediante el análisis de la fragilización por hidrógeno, utilizando un acero de idéntica composición química, con el objeto de proponer un método de reparación alternativo del componente.

DESARROLLO EXPERIMENTAL

La pieza estudiada corresponde al cilindro del tren de aterrizaje de la aeronave Hércules C-130, mostrado en la figura 1.

Debido a los sucesivos despegues y aterrizajes, dicho cilindro presenta daño localizado en la superficie. Se extraen muestras de dicha pieza para realizar análisis químico y para fabricar probetas para ensayos de tracción. En la figura 2 se muestran los dos tipos de probetas utilizadas para evaluar el comportamiento mecánico del material. Como se explica más adelante, las experiencias se llevaron a cabo sobre un acero de similares características que aquel del que está hecha la pieza. Con el objeto de evaluar el daño durante el proceso de reparación, un grupo de probetas fue sometido a Brush-Plating, otro a Brush-Plating y a tratamiento de Baking (Horneado), con el fin de remover el hidrógeno que hubiese ingresado al material producto del tratamiento de Brush-Plating. Finalmente, un grupo de

probetas fue sometida a carga de hidrógeno a partir de un proceso electroquímico, con el fin de evaluar si los ensayos mecánicos realizados, podían dar cuenta de un posible daño por hidrógeno en el material.

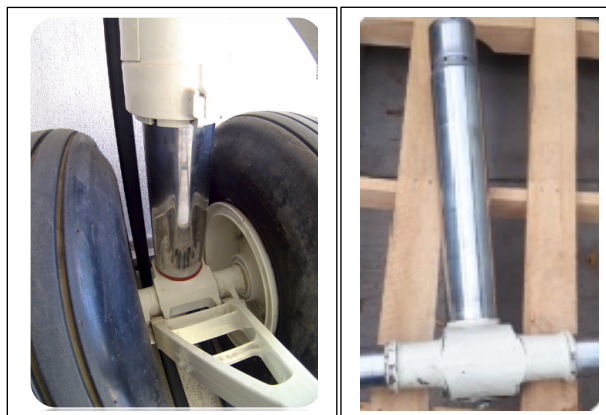


Figura 1. Pieza analizada perteneciente al tren de aterrizaje de Hércules C-130

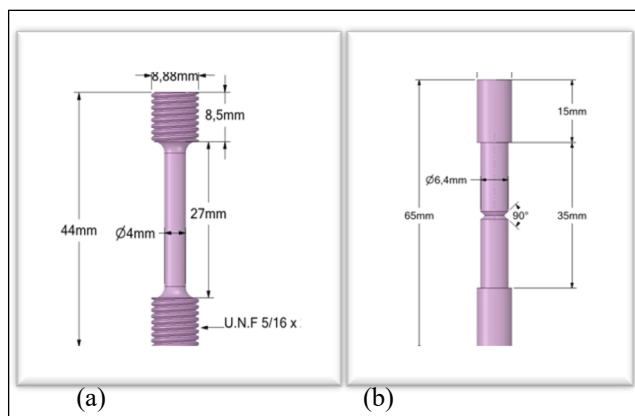


Figura 2. Probetas utilizadas (a) Tracción; (b) Incremental Step Loading (ISL).

La metodología experimental utilizada para evaluar el daño por hidrógeno se basó en la norma ASTM F-1624 [7], la que sugiere se aplique al material a evaluar una carga incremental (ISL: Incremental Step Loading), de un 5% del valor de la carga total cada cierto tiempo. El programa de carga depende de la dureza del material y puede consultarse en la citada norma. Para el caso en estudio, el programa de carga consistió en 10 escalones de carga de una magnitud igual al 5% de la carga máxima que soporta el material, seguidos de 10 escalones de 2 horas de duración cada uno. En total el ensayo dura 30 horas. Esto se abrevia (10/5/1,2). Este programa de carga es válido para aceros con durezas entre 46 y 54 HRC.

El método comienza con la determinación de la carga máxima que resiste el material a partir de un ensayo de tracción estándar sobre una probeta como la mostrada en la figura 2(a). El objetivo de este ensayo es determinar la carga máxima que resiste el material. A partir de este valor de carga máxima, se determina el programa de carga especificado en el párrafo anterior. En la figura 3

se muestra una imagen esquemática que aparece en la norma ASTM F1624. Pueden existir tres situaciones: A, B y C.

La curva A corresponde a una caída en la carga con concavidad hacia abajo, la que se asocia a un crecimiento de grieta subcrítico. La carga P_i se define como la carga de iniciación de grieta.

La curva B consiste en una caída en la carga con concavidad hacia arriba. Esta situación no corresponde a una propagación de grieta sino a plasticidad en la muestra. Este comportamiento ocurre cuando el esfuerzo en la punta de la grieta iguala o excede al esfuerzo de fluencia. No se considera un valor de carga umbral para la propagación de grieta.

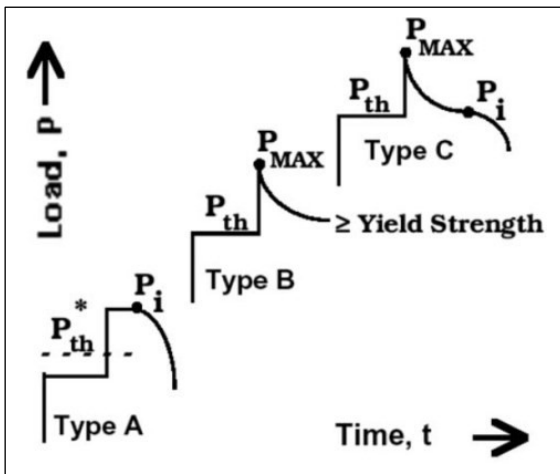


Figura 3. Identificación del crecimiento subcrítico de grieta. (Norma ASTM F1624)

El caso C muestra una curva que inicialmente es cóncava hacia arriba y luego cóncava hacia abajo. La carga P_i a la que se produce el cambio de concavidad se toma como carga de iniciación de grieta.

Se prepararon tres grupos de probetas: probetas a las que se sometió al proceso de Brush Plating, probetas sometidas a Brush Plating y Baking y probetas sometidas a carga de hidrógeno.

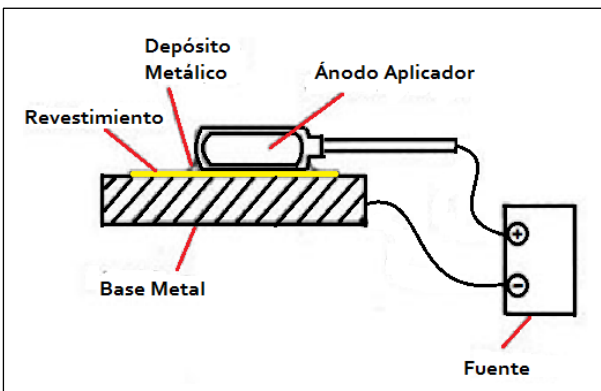


Figura 4. Esquema del equipo de Brush-Plating.

Las probetas sometidas a Brush Plating fueron conectadas a una fuente de poder. Enseguida y con ayuda de un ánodo recubierto de un material absorbente, impregnado con la solución de electro-metalizado, se aplica el recubrimiento, consistente en 60%Ni y 40%W. En la figura 4 se muestra un esquema del equipo utilizado.

Las probetas sometidas al tratamiento de Baking, fueron calentadas a 191°C por 23 h en un horno eléctrico.

Las probetas sometidas a carga de hidrógeno fueron sumergidas en una solución de ácido sulfúrico diluido en agua destilada con una concentración de 0,1M. El ánodo usado fue grafito y el cátodo lo constituían las probetas a las que se sometió a carga de hidrógeno. La densidad de corriente aplicada fue de 7 mA/cm². En la figura 5 se muestra el montaje utilizado.



Figura 5. Esquema del proceso de carga de hidrógeno.

RESULTADOS

En la tabla 1 se muestra la composición química del acero con que está hecha la pieza, correspondiendo a un acero SAE 4340.

Tabla 1. Composición química cilindro cromado tren de aterrizaje de la aeronave C - 130 Hércules

Muestra tren de aterrizaje C-130 Hércules			
%C	%Si	%Mn	%P
0,437	0,321	0,82	0,0008
%S	%Cr	%Ni	%Mo
0,0066	0,76	1,77	0,256
%Al	%Cu	%Co	%Ti
0,038	0,072	0,016	0,0025

La dureza medida al retirar mecánicamente la capa de cromo fue de 52 HRC, concluyéndose que el acero es susceptible de daño por hidrógeno, ya que su dureza es superior a 36 HRC. Dado que la pieza analizada no presentaba un volumen lo suficientemente grande y la geometría no era la apropiada para fabricar un número elevado de probetas, se decidió trabajar con acero SAE 4340 comercial con el fin de evaluar si el tratamiento de Brush-Plating era capaz de generar daño por hidrógeno.

Dado que la dureza del acero 4340 comercial fue de sólo 34HRC, fue necesario someterlo a un tratamiento térmico de temple y revenido para elevar su dureza. El tratamiento térmico consistió en un normalizado a 885°C por 45 min y enfriamiento al aire, seguido de un austenizado a 892°C por 45 min y enfriamiento en aceite más un doble revenido a 190°C durante dos horas y enfriamiento al aire. La dureza final lograda fue de 52,4 HRC.

El paso siguiente, fue medir la carga máxima a través de un ensayo de tracción estándar. Esta carga máxima resultó ser de 21.097 (N) y corresponde a un promedio de cinco mediciones. A partir de este dato se programaron los ciclos de carga de acuerdo a la norma ASTM F1624 (método de carga incremental). Los resultados fueron los que se muestran en la figura 6.

En la figura 6(a) se muestra que el ciclo de carga incremental para probetas sometida a Brush-Plating presenta una apariencia normal, sin caídas en la carga, lo cual demuestra que el proceso de Brush-Plating no ha generado daño por hidrógeno. En la figura 6(b), se puede observar que en el caso de la probeta sometida a Brush-Plating y Baking, el ciclo de carga aplicado es completamente regular sin caídas en la carga, lo que demuestra que tampoco estas probetas han sido dañadas por fragilización por hidrógeno durante el tratamiento. En la figura 6(c), que corresponde a probetas cargadas con hidrógeno, se puede apreciar una caída en la carga del tipo B de acuerdo a la norma ASTM F1624. A una carga de 11.000 (N), se observa una caída, la cual es mostrada con mayor detalle en la figura 6(d). La concavidad de la curva obtenida es hacia arriba, es decir, a velocidad de carga decreciente. En este caso, lo que se concluye es que hubo un daño sobre el material consistente en fluencia plástica, ya que, de acuerdo a la norma, este tipo de descargas está asociado a que existe una grieta que concentró los esfuerzos hasta alcanzar la tensión de fluencia.

Con el resultado descrito, se pudo demostrar que el procedimiento de reparación basado en Brush-Plating, es apropiado para ser aplicado en el componente aeronáutico estudiado, ya que no produce daño por hidrógeno. Esto es importante debido a que el procedimiento de reparación basado en Brush-Plating es un método rápido y eficaz que presenta varias ventajas respecto al método tradicional. El posible daño por hidrógeno es una de las interrogantes que con este trabajo se resolvió.

Con el fin de confirmar a través de un análisis microestructural las observaciones anteriores, se realizó microscopía electrónica de barrido a las muestras estudiadas. Con este fin, luego de realizar los programas de carga descrito, se procedió a fracturar las probetas ensayadas, con el fin de analizar las superficies de fractura obtenidas.

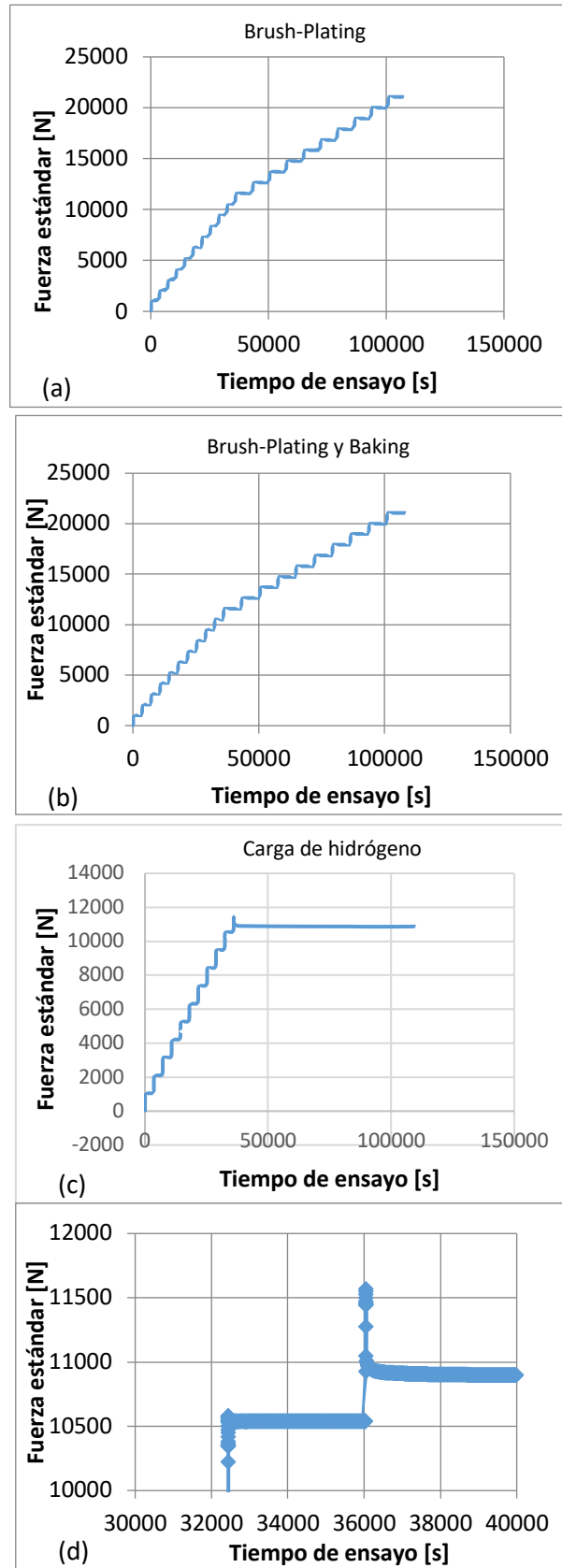
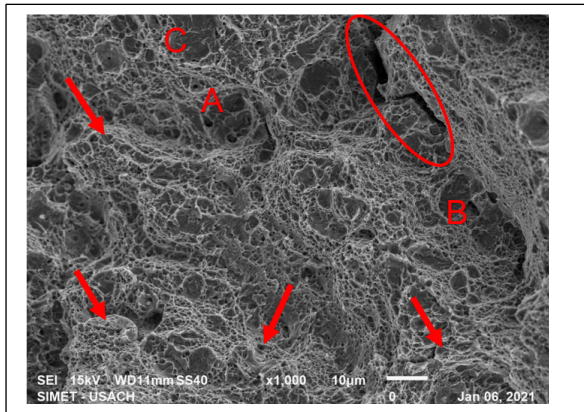


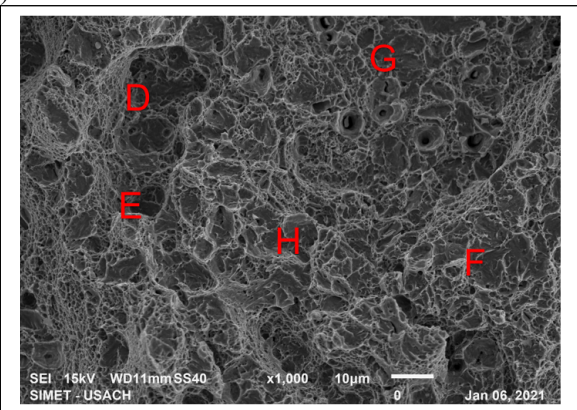
Figura 6. Resultados de carga incremental en (a) Probeta sometida a Brush-Plating; (b) Probeta sometida a baking; (c) Probeta sometida a carga de hidrógeno; (d) detalle de (c).

En la figura 7(a) se muestra la superficie de fractura de una probeta sometida a Brush-Plating, ensayada por el método de carga incremental y luego traccionada hasta fractura. Se observa una morfología de fractura preferencialmente dúctil con abundantes cavidades y dimples, marcados con las flechas, característicos de una fractura dúctil. También es posible encontrar pequeñas zonas con evidencia de clivaje (marcada con A y C). Se observan además grietas (zona marcada con la elipse), la cual es producto de la fractura hecha en tracción.

En la figura 7(b) se muestra la superficie de fractura de una probeta sometida a carga de hidrógeno, ensayada por el método de carga incremental y luego traccionada hasta fractura. Se puede observar una gran cantidad de zonas con evidencias de fractura frágil, las cuales han sido marcadas con las letras (D, E, F, G y H). En estas zonas se observan morfologías lisas, propias de una fractura por clivaje. A diferencia de la figura 7(a), prácticamente no se observan cavidades y dimples, lo cual es una prueba adicional, de que el material expuesto a carga por hidrógeno, efectivamente experimentó fragilización.



(a)



(b)

Figura 7. Imágenes de microscopía electrónica de barrido de superficies de fractura de (a) probeta sometida a Brush-Plating, ensayada mediante el método de carga incremental y luego fracturada a tracción; (b) probeta sometida a carga de hidrógeno, ensayo de carga incremental y luego fracturada a tracción.

CONCLUSIONES

A partir de los resultados encontrados en el presente trabajo se puede concluir los siguientes puntos:

1. A partir de la aplicación de la norma ASTM F1624, es posible estudiar el daño por hidrógeno en muestras de acero sometidas al proceso de reparación denominado Brush-Plating.
2. El proceso de Brush-Plating, pese a consistir de un proceso electrolítico y a realizarse en un ambiente acuoso, no es capaz de generar daño por hidrógeno en acero SAE 4340 con dureza de 52 HRC.
3. El proceso de carga por hidrógeno sí es capaz de producir un daño en aceros SAE 4340 de dureza 52 HRC, lo cual fue constatado mediante a aplicación del método de carga incremental y confirmado por observaciones por microscopía electrónica de barrido.

AGRADECIMIENTOS

Los autores desean agradecer a la DICYT (Dirección de Investigación Científica y tecnológica) de la USACH, la Empresa Nacional de Aeronáutica y a la Academia Politécnica Aeronáutica.

REFERENCIAS

- [1] T. Zakroczymski & E. Owczarek, (2002). Electrochemical investigation of hydrogen absorption in a duplex stainless steel. Acta Materialia. 50(10): 2701- 2713.
- [2] G. M. Pressourye, (1980). Trap theory of hydrogen embrittlement. Acta Metallurgica, 28(7), 895–911.
- [3] J. K. Dennis and D. Jones, (1981). Brush Plating, Surface Technology, 12, 57-73.
- [4] J. W. Dini, (1997). Brush plating: Recent property data. Metal Finishing, June, 89-93.R
- [5] P. Robergé, (2000). Handbook of Corrosion Engineering. Mac Graw-Hill Book.
- [6] A. Oriani, (1978). Hydrogen embrittlement of steels. Ann. Rev. Mater. Sci., 8, 327–357.
- [7] ASTM F1624-12. (2018). Standard Test Method for Mechanical Hydrogen Embrittlement threshold in steel by Incremental Step Loading Technique. West Conshohocken: ASTM International.

**FRACTURA DE MATERIALES
POLIMÉRICOS Y COMPUESTOS**

EcoBlends'up: Compuestos microfibrilados "in situ" a partir de mezclas PLA/BioPA mediante manufactura aditiva.

L. Martínez-Orozco, N. León, J. Cailloux, M. Sánchez-Soto, M. Maspocho, O. Santana*

Centre Català del Plàstic (CCP), Departament de Ciència i Enginyeria de Materials, Universitat Politècnica de Catalunya, BARCELONATECH, Avda. Eduard Maristany 16, 08019 Barcelona, Spain.

*Persona de contacto: orlando.santana@upc.edu

RESUMEN

En ciertas mezclas de polímeros una morfología microfibrilar de la fase dispersa debidamente orientada durante la etapa de procesamiento, puede generar un efecto reforzante aumentando la tenacidad a la fractura, sobre todo en la etapa de propagación de grieta. Este tipo de materiales se denominan "compuestos microfibrilados in situ" (MFCs). Su obtención viene condicionada por las propiedades reológicas de la mezcla y los parámetros del proceso de conformado. En este contexto, cobra interés la fabricación aditiva, especialmente la fabricación por filamento en fundido (FFF) con aporte de grana en vez de filamento. En este trabajo, se propone el estudio de la viabilidad de fabricación MFCs induciendo la microfibrilación de una BioPA en las "ecoblends" PLA/BioPA. Se evalúan las condiciones óptimas de procesamiento del proceso FFF para su generación, el comportamiento a tracción uniaxial y el comportamiento a fractura (mediante técnicas de impacto instrumentado en probetas SENB) de las probetas resultantes. Las evidencias obtenidas muestran que el uso de una matriz de PLA modificada reológicamente mediante extrusión reactiva (PLA_{REX}) promueve la obtención de MFCs con un mejor balance de propiedades mecánicas en términos de módulo elasticidad (E) y ductilidad, y una mejora en la tenacidad aparente de la estructura fabricada.

PALABRAS CLAVE: Ecoblends, PLA, BioPA, fractura, FFF, FDM

ABSTRACT

In certain polymer blends, a properly oriented microfibrillar morphology of the dispersed phase during the processing stage can generate a reinforcing effect by increasing the fracture toughness, especially in the crack propagation stage. These types of materials are called "in situ microfibrillated composites" (MFCs). Its obtention is conditioned by the rheological properties of the blend and the parameters of the forming process. In this context, additive manufacturing is of interest, especially Fused Filament Fabrication (FFF) with the dosage of pellets instead of extruded filament. In this work, the study of the feasibility of manufacturing MFCs is proposed by inducing the microfibrillation of a BioPA in the "ecoblends" PLA / BioPA. The optimal processing conditions of the FFF process for its generation, the uniaxial tensile behavior and the fracture behavior (by means of instrumented impact techniques in SENB specimens) of manufactured specimens are evaluated. The evidence obtained shows that the use of a rheologically modified PLA matrix by reactive extrusion (PLA_{REX}) promotes the obtention of MFCs with a better balance of mechanical properties in terms of elastic modulus (E) and ductility, and an improvement in apparent toughness. of the fabricated structure.

KEYWORDS: Ecoblends, PLA, BioPA, fracture, FFF, FDM

INTRODUCCIÓN

Es bien sabido que el poli(ácido láctico) (PLA) es un polímero bio-basado que genera gran interés debido a su naturaleza biodegradable y biocompatible. Sin embargo, su fragilidad, cinética de cristalización lenta, rango de temperatura de servicio reducido y baja resistencia a la fusión limitan su utilización para aplicaciones de alto valor que requieran durabilidad [1, 2].

No obstante, varios de estos inconvenientes han sido resueltos mediante la extrusión reactiva del PLA (PLA_{REX}) con un agente reactivo epóxido-multifuncional (SAMfE). El PLA_{REX} se caracteriza por un aumento del peso molecular, el número y la longitud de las ramificaciones dentro del polímero modificado, así como de su elasticidad en fundido [2].

Por otra parte, la generación in situ de un compuesto de morfología microfibrilar (MFC) en su fase dispersa mediante la mezcla en estado fundido de una matriz de PLA con una bio-poliámidas (bioPA) han dado como resultado una mejora en la cristalización de la matriz, así como en sus propiedades mecánicas [3].

En este contexto, las piezas producidas mediante la técnica de fabricación por filamento en fundido (FFF) se caracterizan por su bajo rendimiento mecánico y calidad superficial [3, 4], es por ello que este proceso se podría beneficiar de la generación de una morfología microfibrilada in situ.

Debido a que la manufactura aditiva es cada vez más usada en la fabricación de piezas donde la integridad estructural es un requisito clave que cumplir, se hace cada

vez más necesario el estudio de las propiedades a fractura de dichos materiales [5].

En este sentido y con base en investigaciones previas realizadas [3, 6], se decidió realizar un estudio más exhaustivo de las propiedades mecánicas y a fractura de mezclas 70/30 de PLA/bioPA y PLA_{REX}/bioPA impresas en 3D; siendo el objetivo principal de este trabajo de investigación, estudiar el efecto de la generación de una morfología microfibrilada in situ en el comportamiento mecánico y a fractura de dichas mezclas.

2. PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL

2.1 Materiales

Se emplearon 3 mezclas PLA/PA usando como matriz tres variantes de PLA en una proporción del 70% p/p. En la primera matriz se empleó un PLA Ingeo 4032D® (NatureWorks, Arendonk, Bélgica), con un contenido molar de D-lactida del 2%, Mn de 90000 g/mol, Mw de 181000 g/mol y Temperatura de fusión (T_m) de 167 °C.

Asimismo, fueron utilizadas dos variantes del PLA descrito anteriormente modificadas reológicamente (PLA_{REX}) mediante extrusión reactiva (REX) con la adición de un contenido nominal de 0.5 y 1.25 % p/p de un copolímero oligomérico estireno-acrilato epóxidado (Joncryl-ADR-4400®, BASF, Ludwigshafen, Alemania), con un peso equivalente de epoxi de 485 g/mol y una funcionalidad de 14. Como fase dispersa se utilizó una poliamida biobasada en un 90%, PA10.10 (Zytel RS LC1000 BK385, DuPont Wilmington, DE, EE. UU.), con una T_m de 200 °C y Mw de 33000 g/mol.

El procedimiento y condiciones empleadas tanto en la REX como para la preparación de las mezclas se detallan en [6]. La nomenclatura utilizados a lo largo de este trabajo se resume en la Tabla 1.

Tabla 1. Composición y nomenclatura utilizadas para las eco-mezclas estudiadas.

Código	%p/p de los polímeros base			
	PLA	PLA _{REX} 1 (A)	PLA _{REX} 2 (B)	PA10.10
PLA/PA	70	-	-	30
PLA0.5/PA	-	70	-	30
PLA1.25/PA	-	-	70	30

^A Contenido nominal de 0.5% p/p de SAMfE.

^B Contenido nominal de 1.25% p/p de SAMfE.

2.2 Obtención de probetas

Se utilizó un equipo de manufactura aditiva por filamento fundido con aporte de granza Voladora NX-pellets (Tumaker S.L., Oiartzun, España). La velocidad de impresión fue fijada a 1900 mm/min, dando como resultado una tasa de cizallamiento aparente de aproximadamente 300 s⁻¹ en la salida de la boquilla (diámetro de la boquilla 0,8 mm). La temperatura de la boquilla se ajustó a 230 °C y la temperatura de la cama a 50 °C. El multiplicador de impresión se definió en 4, mientras que el ancho del hilo se ajustó a 0,38 mm.

El espesor de las capas fue definido a 0,2 mm, se eligieron modos de relleno al 100% en todos los casos y se utilizaron 2 patrones de llenado: uno rectilíneo concéntrico (Figura 1a) para las probetas tipo ISO 527 1BA usadas en la determinación de las propiedades a tracción a bajas velocidades y otro rectilíneo en forma de mallado, con capas intercaladas impresas en ángulos de 0°, 45°, 90° y -45° (Figura 1b) para las barras prismáticas (4x8x45 mm³) empleadas en el estudio del comportamiento a fractura a altas velocidades de sollicitación.

Previo al proceso de manufactura, la granza de los materiales fue secada en un horno de vacío (Vaciotem-TV, J.P. SELECTA, Barcelona, España) durante 5 horas a una temperatura de 80°C.

2.3 Evaluación del comportamiento a tracción

El comportamiento a tracción uniaxial se evaluó en base a la norma ISO 527 [8] utilizando una máquina de ensayos universal (Sun 2500, Galdabini, Cardano al Campo, Italia) equipada con una célula de carga de 1kN y utilizando una velocidad de ensayo de 10 mm/min, sobre probetas halterio tipo 1BA. Las deformaciones se midieron usando un video-extensómetro (OS-65D CCD, Minstron, Taiwán). Todos los experimentos se realizaron a temperatura ambiente, 1 día después de haberse llevado fabricado.

El módulo de Young (E), la tensión a la cedencia (σ_y), la deformación a la cedencia (ε_y), la tensión ingenieril de flujo en frío (σ_{cold}) y la deformación a la ruptura (ε_b) se

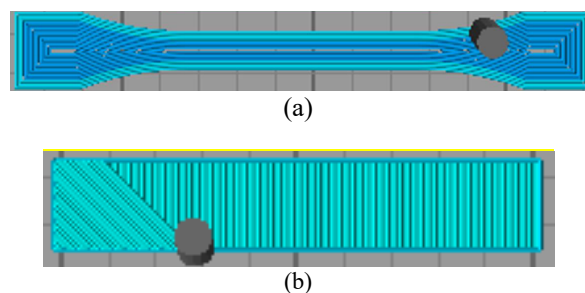


Figura 1. Esquema del patrón de llenado: a) rectilíneo concéntrico en las probetas 1BA y b) rectilíneo en formato de malla para las barras prismáticas con detalle de deposición de capa a 45° sobre capa a 0°

determinaron a partir de las curvas de ingeniería tensión-deformación ingenieril obtenidas. Todos los valores reportados son promedios de al menos 5 ensayos válidos.

2.4 Evaluación del comportamiento a fractura a altas velocidades de sollicitación (impacto).

El estudio se llevó a cabo mediante la determinación del factor de intensificación de tensiones aparente (K_Q) aplicando la teoría de fractura elástico lineal (LEFM) siguiendo el esquema de análisis propuesto en el protocolo de norma ESIS-TC4 [9] en geometría SENB y moderadas velocidades de sollicitación.

Las barras prismáticas fueron entalladas (con ángulo de flanco 45°) utilizando una entalladora motorizada CEAST (Notchvis 6951.000, Torino, Italia) hasta alcanzar una longitud nominal (a) de 0.5 veces el ancho (w) de la barra. Posteriormente fue agudizada mediante la técnica “tapping” empleando una cuchilla de afeitar con radio de filo de 0.13 μm .

Los ensayos fueron realizados a temperatura ambiente (23 °C) en configuración Charpy empleando un péndulo instrumentado (CEAST Dartvis, Instron, Norwood, MA, USA) con una masa reducida 3.655 kg. Para asegurar condiciones cuasiestáticas durante el ensayo se fijó una velocidad de impacto de 1 m/s definiendo una energía de impacto nominal de 1.92 J. Para minimizar los efectos dinámicos inherentes al ensayo y que podrían apantallar la respuesta básica de la probeta se colocó una fina capa de elastómero sobre cada probeta en el punto de impacto.

Adicionalmente, se determinó la resistencia al impacto aparente (RI) a partir de los valores de energía registrada en el punto donde se registraba la carga máxima considerando la sección de ligamento efectiva de cada probeta. Es importante aclarar que para este último parámetro el valor no puede ser tomado como el exacto dado el efecto amortiguador, y por tanto el incremento del tiempo de contacto, que la capa de elastómero genera.

Sin embargo, puede ser considerado para propósito comparativo entre los materiales ya que la capa de elastómero siempre presentaba el mismo espesor y no era reutilizada, por lo que el coeficiente de restitución de la misma siempre será el mismo en los diferentes ensayos.

2.5 Análisis morfológico y fractográfico

Este análisis se llevó a cabo usando un microscopio electrónico de barrido (JSM-7001F, JEOL Ltd., Tokio, Japón) con una tensión de aceleración de 2 kV tras realizar una deposición de una fina capa de platino-paladio en una relación 80/20 en peso sobre la superficie de observación.

Para el análisis de la morfología generada en la dirección del flujo por el proceso de FFF se observaron superficies de fractura criogénica de la sección calibrada de las

probetas 1BA. En este caso la superficie fue sometida a un ataque químico para remover las fases PLA y revelar la disposición/geometría de la fase PA. El ataque consistió en la inmersión, durante 72h, en una solución de agua:metanol (1:2 en volumen) que contenía 0.025 mol/L de hidróxido de sodio a temperatura ambiente (23 °C).

El análisis fractográfico se llevó a cabo sobre las superficies post-ensayo de las probetas SENB.

3. RESULTADOS Y DISCUSIÓN

3.1 Morfología generada

La Figura 3 muestra micrografías de la superficie de fractura criogénica tras el ataque químico (extracción de fase PLA) en las probetas 1BA. En todas se aprecia que, para las condiciones de impresión seleccionada, la fase de PA se dispone de forma microfibrilar orientadas en la dirección de flujo durante la deposición del filamento.

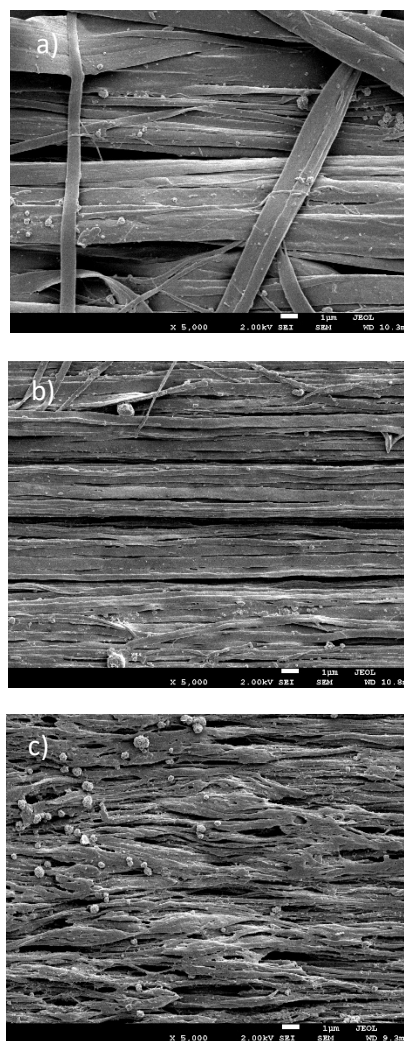


Figura 3. Micrografías MEB (X5000) de la morfología de la fase dispersa. a)PLA/PA. b)PLA0.5/PA c)PLA1.25/PA.

Al modificar la matriz de PLA con un 0.5 % p/p de SAMfE (Figura 3b), se observa una mayor concentración de fibrillas de PA con una anchura menor en comparación con la mezcla de PLA/PA. De acuerdo a estudios previos [11], esta situación se genera gracias a la modificación estructural inducida por la extrusión reactiva en el PLA que induce un aumento en la viscosidad en cizalla y la elasticidad del fundido promoviendo una morfología precursora (fibrilar orientada en el flujo) en esta etapa de preparación de las mezclas. Al realizar el proceso de impresión, al salir el material de la boquilla durante el proceso de deposición se somete el sistema a un estirado en caliente que favorece el incremento de esbeltez de la fibrilla.

Sin embargo, para las probetas de PLA1.25/PA, las imágenes parecieran sugerir que las fibras están interconectadas entre ellas, lo que podría significar que a mayores concentraciones de SAMfE ocurre un cambio de morfología de microfibrilar aislada a interconectada en la fase de PA (Figura 3c). Posiblemente, la mayor viscosidad en cizalla que se genera en PLA promueve una morfología elipsoidal (fibras de menor esbeltez) producto de la coalescencia de gotas en las regiones de convergencia del cabezal. En la etapa de deposición del filamento tras salir de la boquilla de impresión el estiramiento en caliente que se presenta promueve la aparición de una morfología interconectada.

3.2 Comportamiento mecánico a bajas velocidades de sollicitación.

La Figura 4 muestra las curvas tensión-deformación ingenieriles representativas obtenidas en los sistemas impresos unidireccionalmente (Figura 1a). Tal y como se aprecia, todos los sistemas evaluados presentaron un comportamiento a tracción dúctil con “cold drawing”: Tras alcanzar la tensión a la cedencia (σ_y), la tensión ingenieril disminuye (ablandamiento geométrico por estricción) y se estabiliza (flujo en frío) a cierto nivel (σ_{cold}) para luego iniciar un aumento gradual, asociado con un proceso de endurecimiento geométrico.

Es importante resaltar que indistintamente de la mezcla evaluada, el fallo se inicia en su zona central paralelo a la dirección de deposición y que es causada por la descohesión de filamentos, típico en patrones de deposición rectilíneos unidireccionales [10].

La Tabla 2 recoge los parámetros mecánicos extraídos. Tomando en cuenta el error experimental, la modificación del PLA mediante extrusión reactiva no pareciera afectar significativamente el comportamiento mecánico de las mezclas, a excepción del valor de elongación a la ruptura. En este caso se aprecia que, para la mezcla PLA0.5/PA se presenta una disminución de entre 26 a 28% respecto a los otros sistemas.

No obstante, ciertos aspectos en el comportamiento “post-cedencia” merecen ser destacados. Por un lado, el

referente al ablandamiento geométrico relacionado con el grado de estricción que se presenta. Una medida cuantitativa de este efecto es considerando σ_{cold} en relación a σ_y , según la ecuación 1:

$$Softening (\%) = \left(1 - \frac{\sigma_{cold}}{\sigma_y}\right) * 100 \quad \text{(Ecuación 1)}$$

Este parámetro (Tabla 2) disminuye para las mezclas con matriz de PLA modificado lo que conlleva a pensar que la morfología microfibrilar (PLA0.5/PA) y microfibrilar interconectada (PLA1.25/PA) estarían actuando como refuerzo en esta etapa del proceso de deformación, limitando el ablandamiento geométrico (estricción).

Para realizar una cuantificación de este efecto reforzante se ha calculado el módulo de endurecimiento, G_r , según la teoría de elasticidad entrópica del caucho siguiendo la metodología descrita en [11]. En ella se propone que la estabilización de la tensión ingenieril en la etapa de *Cold drawing* de un termoplástico se debe a que los enredos moleculares actúan como puntos de entrecruzamiento similar a los elastómeros.

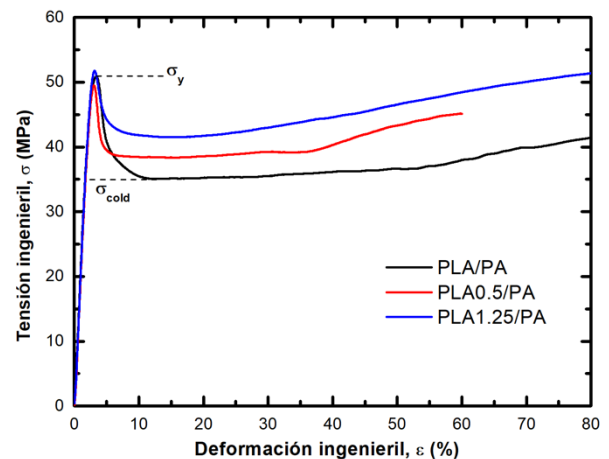


Figura 4. Curvas de esfuerzo-deformación ingenieril a 10 mm/min representativas.

Tabla 2. Propiedades mecánicas a tracción obtenidas a 10 mm/min.

Mezcla	PLA/PA	PLA0.5/PA	PLA1.25/PA
E (GPa)	2.6 ± 0.2	2.9 ± 0.2	2.6 ± 0.2
σ _y (MPa)	52 ± 1	50 ± 3	54 ± 2
ε _y (%)	3.3 ± 0.1	3.1 ± 0.1	3.2 ± 0.2
σ _{cold} (MPa)	36 ± 1	38 ± 2	42 ± 1
ε _{rup} (%)	95 ± 22	68 ± 4	92 ± 29
Softening (%)	31 ± 2	24 ± 3	22 ± 2
G _r (GPa)	14 ± 1	19 ± 1	21 ± 1

Se puede apreciar (Tabla 2) que el uso de las matrices modificadas incrementa dicho valor y muestra clara dependencia con la morfología generada. Hay que tener presente que las matrices modificadas presentan cierta reactividad remanente producto de los grupos epoxi insertados aun presentes, por lo que es posible que estos reaccionen con la fase PA, generando cierta interacción química entre fases, a lo que también contribuye el aumento de la relación superficie/volumen entre fases como consecuencia de la estructura microfibrilar (PLA0.5/PA). En el caso de la bio-mezcla PLA1.25/PA la interconexión entre fibrillas genera una estructura de malla que favorece su acción restrictiva al flujo.

3.3 Comportamiento mecánico a altas velocidades de sollicitación.

La Figura 6 muestra una serie de curvas representativas fuerza de reacción vs tiempo de contacto percutor-probeta durante el impacto tanto sin como con capa elastomérica. En los 3 grupos de probetas, las curvas fueron lineales hasta alcanzar un valor de fuerza máxima, a partir del cual, la carga cae repentinamente hasta un nuevo nivel de fuerza. Posteriormente, sufre otra caída repentina hasta nuevos niveles de fuerza a partir de los cuales la nueva caída es mas pronunciada y suave en el tiempo. Es de resaltar que la fuerza registrada en la ventana de tiempo seleccionada no vuelve a cero, lo que es señal de una ruptura tipo bisagra.

Esta secuencia de niveles de fuerza es indicativa de que durante la propagación de la grieta esta sufre una desaceleración momentánea (crack arrest) hasta que las condiciones locales favorecen una nueva intensificación de tensiones y la grieta reinicia su propagación. La menor velocidad de la grieta en esta etapa aumenta la probabilidad de que cuando llegue al marco con configuración rectilínea unidireccional generado durante la impresión, la misma se detenga generando una estructura tipo bisagra (véase fotografía en la Figura 6). Inclusive se observa que la energía remanente aumenta con el grado de modificación de la matriz.

Cualitativamente, mucho más marcado en el caso de las probetas ensayadas con capa de elastómero aplicada, se puede observar que el nivel de fuerza donde se registra el fenómeno de desaceleración es mayor en las mezclas con matriz modificada. La misma va en aumento con el grado de modificación, lo que se relacionaría con la morfología generada.

A partir de los valores de fuerza y energía registrados en el punto máximo, se procedió a determinar el valor de intensificación de tensiones aparente (K_Q) y resistencia al impacto aparente (RI). La Tabla 3 se presentan los resultados obtenidos.

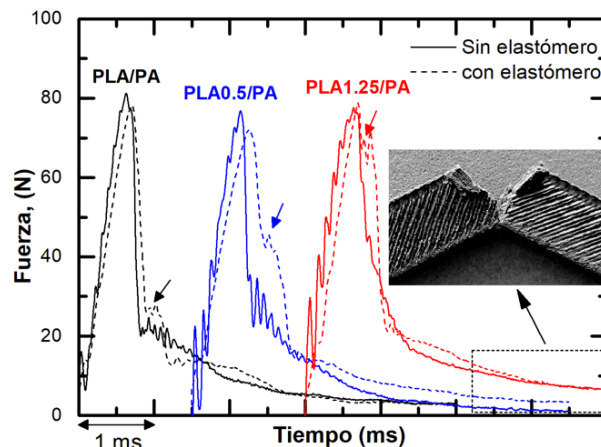


Figura 6. Curvas características fuerza vs tiempo de contacto.

Tabla 3. Valores de tenacidad de fractura aparente (K_Q) para todas las probetas validas ensayadas.

Eco-mezcla	K_Q (MPa.m ^{1/2}),	RI (kJ/m ²)
PLA/PA	2.1 ± 0.1	1.5 ± 0.1
PLA0.5/PA	2.0 ± 0.1	1.8 ± 0.2
PLA1.25/PA	2.3 ± 0.2	2.1 ± 0.2

Considerando las desviaciones estándar obtenidas, se aprecia que las tres mezclas estudiadas presentan valores similares de K_Q , con un valor medio ligeramente superior para la mezcla PLA1.25/PA. En lo que respecta a la RI la tendencia es similar, siendo evidente que el uso de matriz modificada promueve un incremento en este parámetro.

La Figura 8 muestra una secuencia de micrografías de superficies de fractura obtenidas tomadas en aquellos capas o filamentos que, respecto al plano de propagación de grieta, se encontraba a 45°. En estos, debido al modo I de apertura de grieta durante la sollicitación, localmente estaría trabajando con una alta componente traccional.

Se puede apreciar que independientemente de la composición de la mezcla, se presenta descohesión entre las fases, con una alta deformación elongacional de las fibrillas de PA y alta deformación plástica de la matriz PLA. Globalmente, el grado de desgarró que se observa aumenta en aquellas mezclas con matriz de PLA modificada siendo mayor cuanto mayor es el grado de modificación.

En estas condiciones de ensayo el PLA, independiente del grado de modificación, presenta una superficie de fractura de tipo frágil. De acuerdo a lo que se observa en el caso de las mezclas, el PA parece formentar la deformación plástica local de la fase PLA ya que su descohesión contribuiría al alivio local de triaxialidad que se genere durante la sollicitación. Este efecto ira en aumento a medida que la el área interfacial de contacto entre las fases aumente, efecto que se logra con las matrices PLA modificadas.

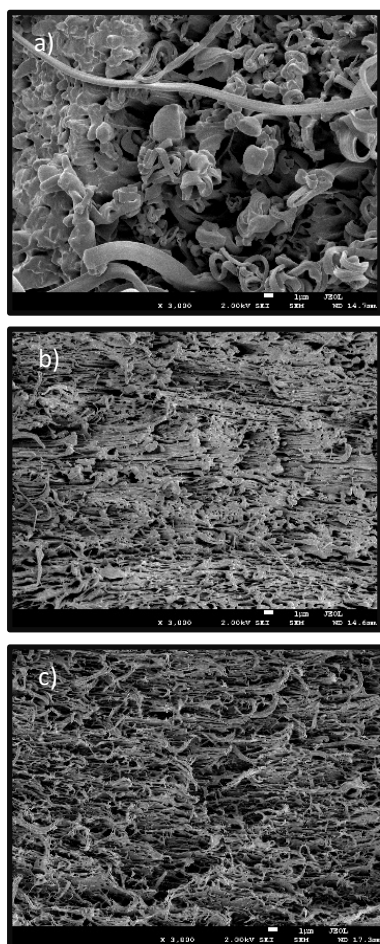


Figura 8. Micrografías de las superficies de fractura (X3000).
a)PLA/PA. b)PLA0.5/PA. c)PLA1.25/PA.

4. CONCLUSIONES

En este estudio, se prepararon mezclas de PLA y PLA modificado reológicamente con 0.5% y 1.25% de extensor de cadenas, con 30% en peso de PA para fabricar con éxito, compuestos microfibrilados in situ a través de un proceso de fabricación por filamento fundido en 3D. La cantidad de SAMfE añadida condiciona el tipo de morfología que se obtiene en la fase dispersa de PA embebida en una matriz de PLA, pudiéndose llegar a una morfología tipo microfibrilar interconectada.

La caracterización a tracción uniaxial reveló que la modificación reológica de la fase PLA no genera cambios significativos en los parámetros mecánicos a bajas velocidades de sollicitación de las mezclas, pero sí en el grado de ablandamiento geométrico y endurecimiento por deformación en la etapa post-cedencia. Sin embargo, el uso de una matriz de PLA modificado con 1.25% p/p de SAMfE contribuye a que la tenacidad a la fractura a altas velocidades de sollicitación se vea mejorada. La descohesión entre fases parece ser el factor clave en esta mejora, ya que actuaría aliviando la triaxialidad local en la matriz PLA, fomentando la deformación plástica y desgarro de la misma.

AGRADECIMIENTOS

Los autores desean agradecer al Ministerio de Economía e Innovación por la financiación recibida para la ejecución del proyecto PID2019-106518RB-I00.

REFERENCIAS

- [1] K. Fukushima, A. Fina, F. Geobaldo, A. Venturello, G. Camino, Properties of poly(lactid acid) nanocomposites based on montmorillonite, sepiolite and zirconium phosphate. *Express Polymer Letter* (2012) 6: 914-926.
- [2] J. Cailloux, O. O. Santana, E. Franco-Urquiza, J. J. Bou, F. Carrasco, J. Gámez-Pérez, M. L. Maspoch, Sheets of branched poly(lactic acid) obtained by one step reactive extrusion calendaring process: Melt rheology analysis. *Express Polymer Letter* (2013) 7: 304-318.
- [3] J. Cailloux, V. García-Masabet, O. Santana Pérez, D. Loeza, F. Carrasco, M. Ll. Maspoch, O. Santana Pérez, PLA/PA bio-blends for FDM: and mechanical and fracture behavior. *Anales de Mecánica de Fractura* (2020) 37: 188-194.
- [5] J. Wang, Y. Zhang, W. Sun, S. Chu, T. Chen, A. Sun, J. Guo, G. Xu, Morphology Evolutions and Mechanical Properties of In Situ Fibrillar Poly(lactic Acid)/Thermoplastic Polyurethane Blends Fabricated by Fused Deposition Modeling. *Macromol Mater Eng* (2019) 304: 1-11.
- [6] F. Akasheh, H. Aglan, Fracture toughness enhancement of carbon fiber-reinforced polymer composites utilizing additive manufacturing fabrication. *Journal of Elastomers & Plastics* (2018) 51: 698-711.
- [7] J. Cailloux, T. Abt, V. García-Masabet, O. Santana, M. Sánchez-Soto, F. Carrasco, J. Gámez-Pérez, M. Ll. Maspoch, Effect of the viscosity ratio on the PLA/PA10.10 bioblends morphology and mechanical properties. *Express Polymer Letter* (2018) 12: 569-582.
- [8] *Plastics - Determination of tensile properties*, Norma UNE-EN ISO 527: 2019.
- [9] A. Pavan, "Determination of fracture toughness (G_{IC} and K_{IC}) at moderately high loading rates", en *Fracture Mechanics Testing Methods for Polymers, Adhesives and Composites*. Londres: Elsevier Science, 2001, 27-58.
- [10] V. García-Masabet, O. Santana Pérez, J. Cailloux, T. Abt, M. Sánchez-Soto, F. Carrasco, Mç. Ll. Maspoch, PLA/PA Bio-Blends: Induced Morphology by Extrusion. *Polymers* (2020) 12: 1-22.
- [11] R.N. Haward, Strain Hardening of Thermoplastics. *Macromolecules* (1993) 26(22): 5860-5869.

PREDICCIÓN DE PROPIEDADES MECÁNICAS DE POLIÁCIDO LÁCTICO (PLA) PROCESADO MEDIANTE MOLDEO POR COMPRESIÓN Y FABRICACIÓN ADITIVA (FDM)

A. Saldaña,¹*M. Lorenzo-Bañuelos,²W. M. H. Verbeeten

¹Departamento de Ingeniería Electromecánica (Universidad de Burgos)

²Departamento de Ingeniería Civil (Universidad de Burgos)

Escuela Politécnica Superior, Avda. Cantabria, 09006, Burgos

* Persona de contacto: mlbanuelos@ubu.es

RESUMEN

Ante la necesidad de asegurar los requerimientos mínimos de diseño en industrias tan exigentes como la médica, automovilística o aeronáutica, surge la necesidad de predecir el comportamiento mecánico de materiales poliméricos. Este comportamiento mecánico varía en función del proceso de fabricación con el que se obtienen los componentes finales. En este estudio, se investiga el caso del polímero biodegradable PoliÁcido Láctico (PLA) y la influencia del proceso de fabricación en el comportamiento mecánico. En concreto, se caracteriza mecánicamente el material utilizando ensayos de tracción y compresión uniaxial de probetas obtenidas mediante moldeo por compresión y fabricación aditiva por Modelado con Filamento Fundido (FDM). Se evalúa la ecuación de flujo de tipo Eyring para describir el comportamiento visco-elástico de la tensión de fluencia. Dicho modelo es conocido por ser capaz de describir de forma precisa la cinética de fluencia de materiales poliméricos (que resultará en el fallo del componente), teniendo en cuenta uno o varios procesos moleculares de deformación. Esta investigación demuestra que el proceso de fabricación tiene una influencia destacable en el comportamiento mecánico de PLA y que se obtiene buena correlación entre los resultados experimentales y el modelo de flujo de tipo Eyring.

PALABRAS CLAVE: PLA, comportamiento mecánico, moldeo por compresión, fabricación aditiva, modelo de flujo de tipo Eyring.

ABSTRACT

In response to the need to ensure some minimum design requirements in demanding industries such as the medical, automotive or aeronautical industrial sectors, there is a need to predict the mechanical behavior of polymeric materials. This mechanical behavior varies depending on the manufacturing process with which the final components are obtained. In this study, the case of the biodegradable polymer PolyLactic Acid (PLA) and the influence of the manufacturing process on its mechanical behavior are investigated. In particular, the material is mechanically characterized by uniaxial tensile and compression tests of test samples obtained by compression molding and additive manufacturing using the Filament Deposition Modeling technique (FDM). The Eyring – type flow equation is evaluated to describe the visco – elastic behavior of the yield stress. This model is known for being able to accurately describe the yield kinetics of polymeric materials (which will lead to component failure), taking into account one or more molecular deformation processes. This research demonstrates the significant influence of the manufacturing process on the mechanical behavior of PLA. It furthermore shows a good correlation between experimental results and the Eyring – type flow model.

KEY WORDS: PolyLactic Acid (PLA), mechanical behavior, compression molding, additive manufacturing, Eyring – type flow model.

1. INTRODUCCIÓN

Desde hace décadas el uso del plástico y su industria ha tomado gran importancia en todos los sectores. Sin embargo, debido a la fuerte demanda que sigue sufriendo esta industria se han desarrollado polímeros biodegradables capaces de reducir el problema de los desechos. Uno de estos materiales biodegradables es el (PLA) “*polactic acid*”; un polímero

biodegradable y biocompatible caracterizado por sus aplicaciones estructurales y biomédicas [1].

Se sabe que las propiedades mecánicas de los componentes obtenidos con materiales poliméricos varían en función de los procesos de fabricación con los que se han obtenido, siendo el moldeo por compresión y fabricación aditiva dos de los procesos empleados con PLA.

En el caso del moldeo por compresión “*Compression molding*” (CM), este marcó un antes y un después en el mundo de los plásticos por su bajo coste, el bajo nivel de orientación de las cadenas moleculares respecto a, por ejemplo, la inyección y por el poco desperdicio de material que se produce con respecto a otros procesos de fabricación. Por otro lado, la tecnología de fabricación aditiva (AM) “*Additive Manufacturing*” se encuentra en auge por la libertad que da en cuanto a geometría, la automatización de procesos y consecuente bajada de tiempos de fabricación, lo que la hace objeto de estudio.

Han sido muchas las veces en las que se ha demostrado que en el punto de fluencia los polímeros, muestran un flujo viscoso [2] y que, además, la cinética de deformación de estos materiales responde a una dependencia lineal de la tensión de fluencia frente al logaritmo de la velocidad de deformación [2], [3]–[5]. Diversos autores emplearon el modelo de Eyring “*Eyring’s theory of absolute rates*” para describir dicha dependencia. Söntjens et al. [6] concluyeron que no solo se muestra una dependencia lineal, sino que además la tensión de fluencia aumenta cuando aumenta la velocidad de deformación de la probeta en sus ensayos.

En esta investigación, para conocer la influencia que tiene el proceso de fabricación en las propiedades mecánicas del material, se estudian probetas de PLA obtenidas tanto por moldeo por compresión, como por fabricación aditiva mediante la técnica de modelado por deposición de filamento fundido (FDM). Además, con el objetivo de conocer su comportamiento más allá de lo experimental, se utiliza un modelo de predicción de fallo para conocer las limitaciones que presenta el material en ensayos uniaxiales.

De esta forma, partiendo de datos previamente obtenidos experimentalmente y utilizando el modelo de Eyring, se pretende predecir el comportamiento mecánico del PLA y determinar la influencia que tiene la velocidad de deformación en la tensión de fluencia del material, las propiedades que varían entre ambos procesos de fabricación, así como la comparación entre ellos.

Para ello, se parte de resultados experimentales de probetas obtenidas mediante moldeo por compresión y ensayadas tanto a tracción como a compresión por [7]. En el caso de la tecnología de fabricación aditiva AM-FDM, las propiedades mecánicas de los componentes se ven afectadas por la variación de parámetros como la velocidad de impresión y la orientación de relleno del material, entre otras. De la misma forma, se parte de datos experimentales de probetas obtenidas

mediante AM-FDM y ensayadas a tracción por [8]. Todo ello se realiza teniendo en cuenta los diferentes aspectos de los materiales poliméricos, de manera que la simulación del comportamiento nos permita anticiparnos al fallo del material y asegurar su vida útil.

2. MATERIAL

El PLA es un tipo de poliéster termoplástico [9] que tiene su origen en el ácido láctico. Además, es un polímero quiral, lo que implica que el material cuenta con dos tipos de enantiómeros: L (poli – L – ácido láctico) y D (poli – D – ácido láctico). La proporción de ambos constituyentes determinarán las propiedades finales del material. En este caso se ha estudiado el PLA, el estereoisómero más conocido, con un contenido D de aproximadamente un 4% [2]. Una de las características más importantes es su estructura semicristalina, la cual se puede configurar hasta alcanzar valores de 35-40% si se trata por encima de 75°C [2], [9]. Su temperatura de transición vítrea (T_g) se encuentra en aproximadamente 61°C y la de cristalización en torno a 120°C. La temperatura de fusión se puede observar a 152°C. Además, cuenta con un módulo elástico entre 3000 – 4000 MPa y una resistencia a tracción de 50 – 70 MPa [2], [3].

3. METODOLOGÍA

Para conocer la influencia que tiene el proceso de fabricación en las propiedades mecánicas del material, se han estudiado probetas obtenidas tanto por moldeo por compresión (CM) como por fabricación aditiva (AM-FDM). Además, con el objetivo de conocer su comportamiento más allá de lo experimental, se ha empleado un modelo de predicción de fallo para conocer las limitaciones que presenta el material en ensayos uniaxiales. Para abordar la simulación del comportamiento del material se ha empleado el modelo de Eyring.

3.1. Datos experimentales

El estudio se centra en los datos experimentales previamente obtenidos por *Jaramillo Vicente, C.* [7] y *Arribas Subiñas, P.* [8]. Las probetas ensayadas a tracción se basan en la norma UNE – EN ISO 527 – 2. En la figura 1 se muestra la geometría de las obtenidas mediante AM-DFM.

Mientras que las probetas ensayadas a compresión por *Jaramillo Vicente, C.* [7] siguen la norma UNE – EN ISO 604. Con el fin de evitar que la probeta mostrase pandeo (*buckling*), abombado (*bulging*) o abarillado (*barreling*), esta contaba con una relación D – L de 1:1 y 6 mm de altura. En el caso de las probetas

obtenidas mediante moldeo por compresión (CM) se ensayaron tanto a tracción como a compresión. Por su parte, las probetas obtenidas mediante fabricación aditiva AM-FDM fueron impresas a velocidades de 9 mm/s y 35 mm/s y con la orientación de relleno tanto a 0° como 90°. Los ensayos se realizaron en una máquina universal de ensayos MTS-Criterion 43 de 10 kN. Ambas probetas se ensayaron en un rango de velocidades del orden de 10⁻⁵ a 10⁻¹ s⁻¹.

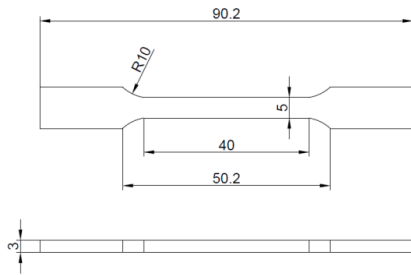


Figura 1: Geometría y dimensiones de la probeta de tracción en mm.

3.2. Modelado de datos

Para llevar a cabo la predicción del comportamiento del material, se ha empleado el modelo de Eyring. Este permite modelar la tensión de fluencia del material a partir de la velocidad de deformación ($\dot{\epsilon}$) de la probeta, y de esta forma poder estudiar su influencia a partir de la obtención de unos parámetros propios de cada material y proceso de fabricación (*parámetros de Eyring*: V^* , γ_0) [2]. Investigadores como *Engels et al.* [4], [10] afirman que el aumento de temperatura hace disminuir esta tensión para las diferentes velocidades, mientras que un aumento de la velocidad de deformación a la que se ensaya la probeta, aumenta la tensión de fluencia.

Si en el rango de la velocidad de deformación que se estudia el polímero, muestra una respuesta termorreológica simple, es decir, la tensión de fluencia está controlada por un solo proceso molecular, este comportamiento se puede caracterizar con la ecuación de flujo de Eyring (“*Eyring – type flow equation*”):

$$\dot{\epsilon}(\sigma, T) = \dot{\epsilon}_0 \exp\left(-\frac{\Delta U}{RT}\right) \sinh\left(\frac{\sigma_y V^*}{kT}\right) \quad (1)$$

Donde:

$\dot{\epsilon}$: Velocidad de deformación lineal [1/s].

σ : Tensión de fluencia [MPa].

T : Temperatura a la que se realiza el ensayo [K].

$\dot{\epsilon}_0$: Constante de la velocidad de deformación lineal.

ΔU : Energía de activación (184 kJ/mol [6]).

R : Constante universal de los gases (8.314475 J/ (mol. K)).

V^* : Volumen de activación [nm³].

k : Constante de Boltzmann (1.38054E-23 J/K).

Normalmente, la tensión de fluencia de los polímeros muestra una dependencia de la presión [5], [6]. Esta es evidente cuando se hacen ensayos bajo presión hidrostática [11]–[13], o por la diferencia entre las tensiones de fluencia máximas en ensayos de tracción y compresión frente a velocidades de deformación [14]. En el ensayo de tracción la presión hidrostática es negativa ($p = -\text{tr}(\sigma)/3$), lo que implica que la distancia entre cadenas poliméricas es mayor, que el material fluya más fácilmente y que por tanto tenga menor tensión de fluencia. En el caso de compresión, la presión hidrostática es positiva resultando en una distancia menor entre cadenas, por lo que la tensión de fluencia es más alta. De esta forma, la diferencia entre la tensión de fluencia en compresión y tracción es debido a la presión hidrostática [15], [16]. En la Figura 2 se muestran las tensiones de fluencia máximas de tracción y compresión donde se puede observar un notable cambio de pendiente entre ellas. Esto implica la influencia de la presión hidrostática previamente descrita y por lo tanto una diferencia de valores de las tensiones de fluencia debido a la diferencia de la distancia entre cadenas poliméricas en tracción y en compresión.

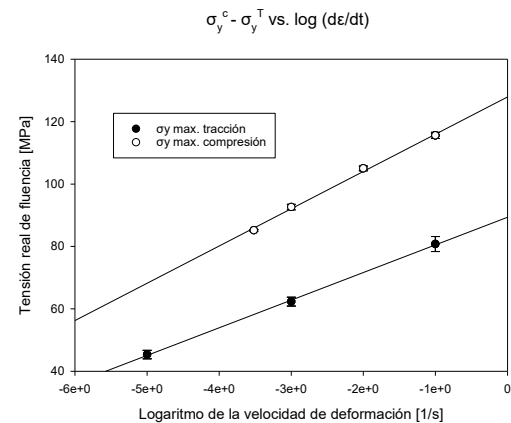


Figura 2: Tensiones de fluencia máximas de tracción y compresión. Influencia de la presión hidrostática.

Por ello se produce una modificación de la ecuación de flujo de Eyring “*Eyring – type pressure – modified rate equation*” donde la dependencia de la presión se cuantifica mediante el parámetro “ μ ”. Poniendo la tensión de fluencia

en función de la velocidad de deformación [$\sigma_y - \log(\dot{\epsilon})$] y teniendo en cuenta que en el punto de fluencia $\sigma_y > kT/V^*$ y que $\sinh(x) = \frac{1}{2} [\exp(x) - \exp(-x)] \approx \frac{1}{2} \exp(x)$, la ecuación de flujo de Eyring dependiente de la presión para ensayos uniaxial de tracción y compresión se puede expresar como:

$$\sigma_y^T = \frac{3}{3+\mu} \frac{kT}{V^*} \sinh^{-1} \left[\frac{\sqrt{3} \dot{\epsilon}}{\dot{\gamma}_0^T} \exp\left(\frac{\Delta U}{RT}\right) \right] \approx \frac{3}{3+\mu} \frac{kT}{V^*} \sinh^{-1} \left[\ln \left(\frac{2\sqrt{3} \dot{\epsilon}}{\dot{\gamma}_0^T} \right) + \frac{\Delta U}{RT} \right] \quad (2)$$

Donde:

μ : parámetro de dependencia de la presión [-].

$\dot{\gamma}_0^T$: la constante de velocidad angular del ensayo de tracción [1/s].

$$|\sigma_y^C| = \frac{3}{3-\mu} \frac{kT}{V^*} \sinh^{-1} \left[\frac{\sqrt{3} |\dot{\epsilon}|}{\dot{\gamma}_0^C} \exp\left(\frac{\Delta U}{RT}\right) \right] \approx \frac{3}{3-\mu} \frac{kT}{V^*} \sinh^{-1} \left[\ln \left(\frac{2\sqrt{3} |\dot{\epsilon}|}{\dot{\gamma}_0^C} \right) + \frac{\Delta U}{RT} \right] \quad (3)$$

$\dot{\gamma}_0^C$: Constante de velocidad angular del ensayo de compresión [1/s].

Si en un momento se toma el parámetro de dependencia de la presión como nulo, se pueden obtener los volúmenes de activación de tracción y de compresión ($V^{*,T}; V^{*,C}$), de forma que se modela el comportamiento como si solo actuase un proceso molecular común a ambos procesos moleculares. De esta forma se puede determinar el parámetro “ μ ” como:

$$\mu = \frac{V^{*,T} - V^{*,C}}{V^{*,T} + V^{*,C}} \quad (4)$$

Sin embargo, la respuesta termorreológica simple es más una excepción que la regla, y son la mayoría de polímeros los que muestran una respuesta termorreológica compleja. Por lo tanto, hay más procesos moleculares que interfieren en la tensión de fluencia que pueden ser relacionados con procesos de relajación molecular secundarios [4].

Una evidencia de que existen varios procesos moleculares, es que los datos experimentales muestran una diferencia entre la tensión de fluencia máxima y mínima tal como se observa

en la Figura 3. Polímeros que muestran más de un proceso de relajación molecular son PMMA, PS o PLA [4].

La forma de caracterizar ambos procesos moleculares es la modificación Ree – Eyring [17], en la cual se asume que ambos procesos actúan de forma independiente y paralela y que, por tanto, la tensión de fluencia será la suma de ambos procesos.

Para el ensayo uniaxial de tracción se cumple:

$$\sigma_y^T = \sigma_{y,\alpha}^T + \sigma_{y,\beta}^T = \frac{3}{3+\mu_\alpha} \frac{kT}{V_\alpha^*} \sinh^{-1} \left[\frac{\sqrt{3} \dot{\epsilon}}{\dot{\gamma}_{0,\alpha}^T} \exp\left(\frac{\Delta U_\alpha}{RT}\right) \right] + \frac{3}{3+\mu_\beta} \frac{kT}{V_\beta^*} \sinh^{-1} \left[\frac{\sqrt{3} \dot{\epsilon}}{\dot{\gamma}_{0,\beta}^T} \exp\left(\frac{\Delta U_\beta}{RT}\right) \right] \quad (5)$$

Donde:

V_α^* : Volumen de activación del proceso α de tracción [nm^3].

$\dot{\gamma}_{0,\alpha}^T$: Constante de velocidad angular del proceso α de tracción [1/s].

V_β^* : Volumen de activación del proceso β de tracción [nm^3].

$\dot{\gamma}_{0,\beta}^T$: Constante de velocidad angular del proceso β de tracción [1/s].

$\Delta U_\alpha; \Delta U_\beta$: Energía de activación de los procesos α y β ($480\text{E}+03$ J/mol y $100\text{E}+03$ J/mol. [18])

Aunque normalmente el parámetro “ μ ” es diferente para ambos procesos moleculares, se toma en este caso el mismo valor al no tener datos suficientes para cuantificarlos por separado ($\mu_\alpha = \mu = \mu_\beta = 0.26$). Para el ensayo uniaxial de compresión se cumple:

$$\sigma_y^C = \sigma_{y,\alpha}^C + \sigma_{y,\beta}^C = \frac{3}{3-\mu_\alpha} \frac{kT}{V_\alpha^*} \sinh^{-1} \left[\frac{\sqrt{3} \dot{\epsilon}}{\dot{\gamma}_{0,\alpha}^C} \exp\left(\frac{\Delta U_\alpha}{RT}\right) \right] + \frac{3}{3-\mu_\beta} \frac{kT}{V_\beta^*} \sinh^{-1} \left[\frac{\sqrt{3} \dot{\epsilon}}{\dot{\gamma}_{0,\beta}^C} \exp\left(\frac{\Delta U_\beta}{RT}\right) \right] \quad (6)$$

V_α^* : Volumen de activación del proceso α de compresión [nm^3].

$\dot{\gamma}_{0,\alpha}^C$: Constante de velocidad angular del proceso α de compresión [1/s].

V_{β}^* : Volumen de activación del proceso β de compresión [nm³].

$\dot{\gamma}_{0,\beta}^C$: Constante de velocidad angular del proceso β de compresión. [1/s].

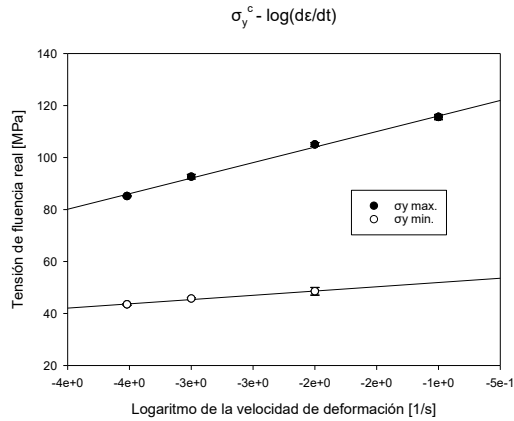


Figura 3: Tensiones máximas y mínimas de compresión. Influencia del proceso secundario β .

4. ANÁLISIS Y DISCUSIÓN DE RESULTADOS

4.1. Moldeo por compresión (CM)

Tras haber obtenido las distintas tensiones máximas de fluencia tanto en tracción como en compresión, y mínimas en el caso de compresión, mediante dos puntos de la gráfica (σ_y, ϵ), y utilizando la ecuación (2) y (3), es posible obtener los parámetros isotrópicos del material de las probetas obtenidas mediante (CM) para ambos ensayos uniaxiales ($V^*, \dot{\gamma}_0$). De esta forma se pueden modelar las tensiones de fluencia máximas de tracción y compresión, controladas por ambos procesos moleculares α y β , y posteriormente representarlas en función del logaritmo de la velocidad de deformación mediante (5) y (6).

En la Figura 2, se puede observar la diferencia de pendiente entre las tensiones máximas de ambos ensayos, lo cual está relacionado con la influencia de la presión hidrostática. Además, las tensiones de fluencia siguen una tendencia lineal con el logaritmo de la velocidad de deformación tal y como afirmaban [1], [4]. En el caso de compresión, donde sí es posible medir la tensión de fluencia mínima, al estar esta tensión controlada únicamente por el proceso molecular α (Figura 3), se modela a partir de la primera parte de la ecuación (6). Los parámetros del proceso molecular β se obtendrán como la diferencia de la tensión máxima y los obtenidos del proceso α .

4.2. Fabricación aditiva (AM-FDM)

En el caso de las probetas obtenidas mediante (AM), se obtienen para cada velocidad de relleno y orientación los diferentes modelos. Cabe destacar que las probetas al no ser 100% macizas debido al propio proceso de fabricación, se hace necesario compensar las tensiones de fluencia obtenidas con el volumen corregido (Figura 4) mediante la siguiente relación:

$$\sigma_{y,vc} = \sigma_y * \frac{\rho_{PLA}}{\rho_{app}} \tag{7}$$

Donde:

$\sigma_{y,vc}$: Tensión de fluencia con volumen corregido.

σ_y : Tensión de fluencia.

ρ_{PLA} : Densidad del material proporcionada por el vendedor (1.25 g/cm³).

ρ_{app} : Densidad aparente de cada probeta.

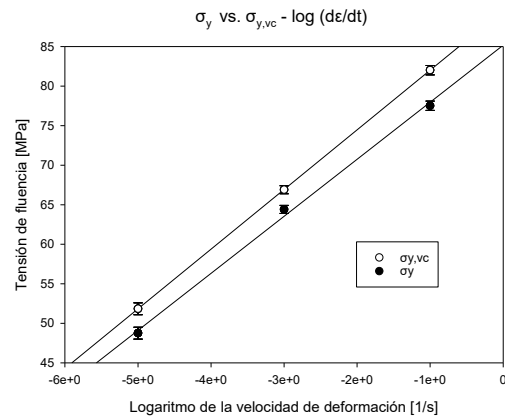


Figura 4: Influencia de la corrección del volumen en la tensión de fluencia en AM-FDM.

La forma de obtener los parámetros de Eyring es similar a lo ya aplicado en CM, utilizando en este caso la ecuación (5) debido a que solo hay datos de tracción. Por ello se toma como constante el parámetro de dependencia de la presión “ μ ” calculado en la ecuación (4) y la energía de activación para cada proceso molecular (U_{α}, U_{β}).

El estudio de las probetas de fabricación aditiva se ha basado en la publicación de Verbeeten et. Al. [2]. En este se muestra que para el caso de la velocidad de impresión de 35 mm/s y 0°, la pendiente es menor que para CM por lo que el comportamiento está modelado por los mismos valores de α y β que para CM.

Es sabido que en fabricación aditiva hay orientación y extensión de las cadenas y, por otra

parte, el proceso β se asume que empieza a tener influencia a partir de 10^{-1} [1/s]. En este caso, el parámetro $\gamma_{0,\beta}^T$ no es posible determinarlo de manera directa, ya que en tracción no se llega a medir la tensión de fluencia mínima, por lo que se determina mediante prueba y error hasta que la suma de ambos procesos simule la tensión de fluencia máxima. Además, el volumen de activación (V_β^*) se toma como constante para ambos procesos de fabricación.

Tras obtener las tensiones de fluencia mediante el modelo Ree – Eyring de la ecuación (5) para cada tipo de probeta, se representan las tensiones de fluencia en función del logaritmo de la velocidad de deformación. En primer lugar, se representan las probetas fabricadas a la misma velocidad de impresión para estudiar la influencia de la orientación junto con las probetas CM para compararlas, véase Figura 5. En el caso de v35o00T50, la pendiente es más acentuada que para v35o90T50 debido a que para 0° de orientación, la orientación y extensión de las cadenas poliméricas es más pronunciada que para 90° , esto implica un V_α^* menor para 0° . Además, para la orientación de 0° se nota la influencia del proceso β a partir de 10^{-1} [1/s] mientras que para 90° se empieza a notar a partir de 10^{-2} [1/s].

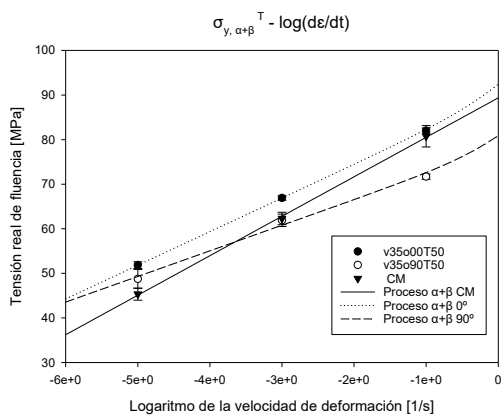


Figura 5: Tensión de fluencia - logaritmo de la velocidad de deformación para v35o00T50, v35o90T50 y CM.

La influencia de la orientación también se aprecia en el valor de las tensiones de fluencia; cuanto mayor es la velocidad de deformación, mayor es la diferencia entre los tres tipos de probetas. Para 10^0 [1/s] el valor para 0° se sitúa en torno a los 92 MPa, muy cerca de los 90 MPa alcanzados en CM, mientras que para 90° se sitúa en torno a 80 MPa. En el caso de 0° , el valor de V_α^* es menor debido a que la orientación de las cadenas poliméricas es mayor que a 90° , lo que se traduce en una mayor pendiente de v9o00T50 respecto a v9o90T50 (véase Figura 6). La influencia del proceso β es mucho más acentuada para 90° que

para 0° , empezando a verse en el primer caso a partir de 10^{-1} [1/s], mientras que en el segundo aparece a partir de 10^{-2} [1/s].

En CM, la diferencia es más notable a velocidades de deformación altas. Aunque a velocidades bajas presente menores tensiones de fluencia que las probetas de fabricación aditiva, a velocidades altas como 10^0 [1/s] supera en unos 8 MPa a la de 90° y en 5 MPa a la de 0° , siendo la diferencia máxima a 10^{-1} [1/s], superándolas en más de 10 MPa.

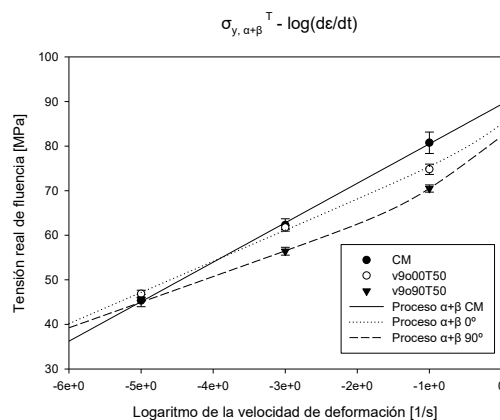


Figura 6: Tensión de fluencia - logaritmo de la velocidad de deformación para v9o00T50, v9o90T50 y CM

Los valores obtenidos de los parámetros de Eyring para cada tipo de probeta, se muestran en la tabla 1 y 2:

Tabla 1: Valores del volumen de activación del modelo de Eyring

Volumen de activación V^* [nm ³]	Proceso α	Proceso β
CM tracción	5.85	2.21
CM compresión	5.85	2.21
V35o00T50	1.88	2.21
V35o90T50	2.47	2.21
V9o00T50	2.03	2.21
V9o90T50	2.47	2.21

Tabla 2: Valores de la constante de velocidad angular del modelo de Eyring.

Constante de la velocidad angular $\dot{\gamma}_0$ [1/s]	Proceso α	Proceso β
CM tracción	4.47E+70	6.20E+09
CM compresión	2.42E+68	6.20E+09
V35o00T50	2.35E+73	6.20E+17
V35o90T50	4.53E+71	6.20E+17
V9o00T50	3.03E+73	6.20E+17
V9o90T50	2.59E+72	7.33E+16

NOTA: los parámetros correspondientes al proceso β de tracción se han tomado igual al ensayo de compresión, puesto que no ha sido posible cuantificarlos directamente en el ensayo de tracción. Con el fin de comparar cómo influye la velocidad de impresión, se representan las probetas que han sido impresas en la misma orientación.

En la Figura 7 se muestra que las probetas impresas en la dirección de tracción (0°) son las que mayores tensiones de fluencia soportan respecto a CM y 90° . Aunque la probeta CM es la que menores tensiones soporta a bajas velocidades de deformación, a la velocidad de 10^{-4} [1/s] coincide su valor con la probeta de 90° llegando a estar a un valor muy próximo de la de 0° cuando alcanza altas velocidades de deformación como 10^0 [1/s].

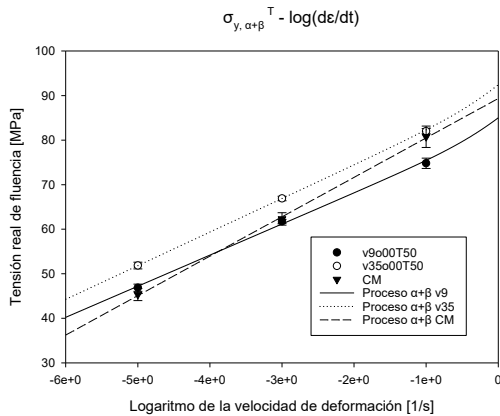


Figura 7: Tensión de fluencia - logaritmo de la velocidad de deformación para v35o00T50, v9o00T50 y CM.

En la Figura 8, la diferencia entre velocidades de impresión se hace notar a bajas velocidades de deformación, como 10^{-5} [1/s]. A medida que esta última va aumentando, es menor la diferencia que existe entre las tensiones de fluencia hasta llegar a la velocidad de deformación de 10^0 [1/s] donde apenas hay diferencia. Sin embargo, la diferencia con la probeta CM sí es notable ya que, aunque a bajas velocidades presenten tensiones de fluencia más pequeñas, estas crecen de forma que a altas velocidades como 10^0 [1/s] las supera por 10 MPa.

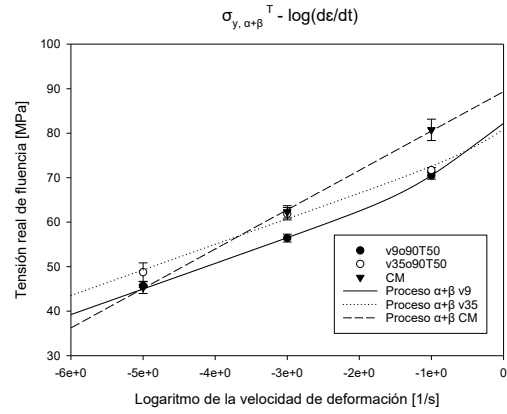


Figura 8: Tensión de fluencia - logaritmo de la velocidad de deformación para v35o90T50, v9o90T50 y CM

5. CONCLUSIONES

- A medida que aumenta la velocidad de deformación ($\dot{\epsilon}$) de la probeta, aumenta la tensión de fluencia, la cual tiene una dependencia lineal con el logaritmo de la velocidad de deformación.

- La diferencia entre la pendiente de las tensiones máximas y mínimas (medidas únicamente en compresión) en la gráfica $\sigma_y - \log(\dot{\epsilon})$, implica que el comportamiento del PLA está controlado por dos procesos de relajación molecular; α y β .

- El comportamiento de los dos procesos de relajación molecular α y β que presenta el PLA puede ser simulados mediante el modelo de flujo de tipo Ree – Eyring.

- En la tecnología de fabricación aditiva, la variable más influyente en la tensión de fluencia se encuentra en la orientación de deposición del filamento “o”, siendo mayor la tensión de fluencia soportada por el material cuando la probeta está impresa en la dirección de tracción (0°) en vez de perpendicularmente (90°). Por otra parte, para la misma velocidad de impresión, la pendiente de las curvas $\sigma_y - \log(\dot{\epsilon})$ de las orientaciones 0° y 90° es diferente.

- La tensión de fluencia aumenta a medida que aumenta la velocidad de deposición del filamento, aunque la pendiente entre mismas orientaciones permanece constante.

- La probeta fabricada mediante moldeo por compresión (CM) soporta, en general, mayores tensiones de fluencia que las fabricadas mediante la tecnología de fabricación aditiva. La diferencia de pendiente implica que, a velocidades de deformación bajas, la tensión de fluencia sea menor que para las probetas AM, pero para velocidades de deformación altas, sea mayor.

6. BIBLIOGRAFÍA

- [1] S. H. M. Söntjens, T. A. P. Engels, T. H. Smit, and L. E. Govaert, "Time-dependent failure of amorphous poly-d,l-lactide: Influence of molecular weight," *J. Mech. Behav. Biomed. Mater.*, vol. 13, pp. 69–77, Sep. 2012, doi: 10.1016/j.jmbbm.2012.04.014.
- [2] W. M. H. Verbeeten, M. Lorenzo-Bañuelos, and P. J. Arribas-Subiñas, "Anisotropic rate-dependent mechanical behavior of Poly(Lactic Acid) processed by Material Extrusion Additive Manufacturing," *Addit. Manuf.*, vol. 31, p. 100968, Jan. 2020, doi: 10.1016/j.addma.2019.100968.
- [3] M. Antón Alonso, "PROCEDIMIENTO Y CARACTERIZACIÓN DE ENVEJECIMIENTO DE PLÁSTICOS QUE SE EMPLEAN PARA LA IMPRESIÓN 3D," 2016.
- [4] T. A. P. Engels, L. E. Govaert, and H. E. H. Meijer, "Mechanical Characterization of Glassy Polymers: Quantitative Prediction of Their Short- and Long-Term Responses," *Polym. Sci. A Compr. Ref.*, pp. 723–747, Jan. 2012, doi: 10.1016/B978-0-444-53349-4.00054-6.
- [5] I. M. Ward, "The yield behavior of polymers," *J. Polym. Sci. Part C Polym. Symp.*, vol. 32, no. 1, pp. 195–218, Mar. 2007, doi: 10.1002/polc.5070320110.
- [6] L. E. Govaert, P. H. M. Timmermans, and W. A. M. Brekelmans, "The influence of intrinsic strain softening on strain localization in polycarbonate: Modeling and experimental validation," *J. Eng. Mater. Technol. Trans. ASME*, vol. 122, no. 2, pp. 177–185, 2000, doi: 10.1115/1.482784.
- [7] C. D. Jaramillo Vicente, "Caracterización de PLA aplicado al campo de la impresión 3D," Burgos, 2016.
- [8] P. J. Arribas Subinas, "PROCEDIMIENTO Y CARACTERIZACIÓN DE PROBETAS DE PLÁSTICO FABRICADAS MEDIANTE LA IMPRESION 3D," Burgos, 2015.
- [9] A. E. Sáez Morales, "Modificiación de las propiedades del ácido poliláctico," Barcelona, 2013.
- [10] T. A. P. Engels, S. H. M. Söntjens, T. H. Smit, and L. E. Govaert, "Time-dependent failure of amorphous polylactides in static loading conditions," *J. Mater. Sci. Mater. Med.*, vol. 21, no. 1, pp. 89–97, Jan. 2010, doi: 10.1007/s10856-009-3851-9.
- [11] S. Rabinowitz, I. M. Ward, and J. S. C. Parry, "The effect of hydrostatic pressure on the shear yield behaviour of polymers," *J. Mater. Sci.*, vol. 5, no. 1, pp. 29–39, Jan. 1970, doi: 10.1007/bf02427181.
- [12] A. W. Christiansen, E. Baer, and S. V. Radcliffe, "The mechanical behaviour of polymers under high pressure," *Philos. Mag.*, vol. 24, no. 188, pp. 451–467, 1971, doi: 10.1080/14786437108227400.
- [13] S. K. Bhateja, "The Effects of Hydrostatic Pressure on the Mechanical Behavior of Polymers," *J. Macromol. Sci. Part C*, vol. 13, no. 1, pp. 1–75, Jan. 1975, doi: 10.1080/15321797508068145.
- [14] R. Benavente, *Polímeros amorfos, semicristalinos, polímeros cristalinos líquidos y orientación*. CSIC Madrid, 1997.
- [15] J. Alonso S. Martínez, "Elastómeros. Resistencia de materiales," *Instituto Invenio de tecnologías emergentes*, 2014. .
- [16] R. Serrano Lledó, "Endurecimiento por deformación." http://www.raquelserrano.com/wp-content/files/cm_T_4_ENDURECIMIENTO_PO R_DEFORMACION.pdf (accessed May 22, 2020).
- [17] J. A. Roetling, "Yield stress behaviour of polymethylmethacrylate," *Polymer (Guildf)*, vol. 6, no. 6, pp. 311–317, Jun. 1965, doi: 10.1016/0032-3861(65)90081-9.
- [18] L. C. A. van Breemen, T. A. P. Engels, E. T. J. Klompen, D. J. A. Senden, and L. E. Govaert, "Rate- and temperature-dependent strain softening in solid polymers," *J. Polym. Sci. Part B Polym. Phys.*, vol. 50, no. 24, pp. 1757–1771, Dec. 2012, doi: 10.1002/polb.23199.

FRACTURA VISCOELÁSTICA EN PROPULSANTES SÓLIDOS

M. Martínez¹, R. López², A. Salazar¹

¹ Grupo de Durabilidad e Integridad Mecánica de Materiales Estructurales.
Escuela Superior de Ciencias Experimentales y Tecnología. Universidad Rey Juan Carlos.
C/ Tulipán s/n, 28933 Móstoles-España

¹ Departamento de Optoelectrónica y Misilística
Campus “La Marañosa”, Instituto Nacional de Técnica Aeroespacial (INTA)
Ctra. M301 km 10.5, 28330 San Martín de la Vega-España.

RESUMEN

En este trabajo se ha analizado el comportamiento a fractura de propulsores sólidos de material compuesto de matriz de polibutadieno carboxiterminal (CTPB) a distintas velocidades de ensayo. El carácter dependiente del tiempo de estos materiales hace imprescindible el uso de la Mecánica de la Fractura Viscoelástica empleando la metodología de la integral J desarrollada por Schapery y Knauss. Para la caracterización, se realizaron ensayos de relajación, ensayos de tracción y ensayos de fractura en la configuración de Single Edge Notched Tension (SENT) a tres velocidades de ensayo. Se han evaluado las curvas CTOD-R y de resistencia J-R haciendo uso de la metodología de la correlación digital de imágenes y fueron analizadas en función de la velocidad de ensayo y los mecanismos de deformación y rotura.

PALABRAS CLAVE: Viscoelasticidad, fractura, curvas de resistencia J-R y CTOD-R, propulsores sólidos de material compuesto

ABSTRACT

In this work the fracture behaviour of composite solid propellants with a carboxyl terminated polybutadiene (CTPB) matrix at different crosshead speeds has been analysed. The characteristic dependence on time of these materials makes indispensable the use of the Viscoelastic Fracture Mechanics through J integral method developed by Schapery and Knauss. For the characterisation, relaxation tests, tensile tests and fracture tests in the Single Edge Notched Tension (SENT) configuration at three different rates have been carried out. CTOD-R and J-R resistance curves have been evaluated using the digital image correlation methodology. The resulting curves were analysed as a function of the crosshead speed of the test and the mechanisms of deformation and failure.

KEYWORDS: Viscoelasticity, fracture, J-R and CTOD-R curves, composite solid propellant

1. INTRODUCCIÓN

Los propulsores sólidos de material compuesto son materiales energéticos empleados para la propulsión de misiles y cohetes. Estos materiales están compuestos por una matriz elastomérica (ligante) rellena con combustible rápido en forma de polvo y partículas rígidas cerámicas oxidantes, llegando a alcanzar el 70-90 % wt [1], [2].

Desde el punto de vista operativo, estos misiles y cohetes pueden estar largos periodos de tiempo en almacenamiento hasta su uso o retirada de servicio. Durante ese tiempo, van a estar sometidos a cargas térmicas debidas a la variación de las temperaturas propias del lugar de almacenamiento o de los lugares donde se haya transportado, además de las vibraciones soportadas durante los transportes. Este tipo de

solicitaciones generan o inducen la propagación de defectos en forma de grietas y huecos en la matriz ligante, sumados a los propios defectos que puedan provenir de la fabricación [2], [3].

La propulsión se consigue a través de la deflagración del material. En la etapa del diseño de los motores se diseña el área de propulsores que estará expuesta a esa combustión de acuerdo con el impulso deseado [2]. De esta manera, la aparición o crecimiento de grietas en el seno del motor provoca una alteración de la superficie de combustión diseñada [4], [5]. Esto puede derivar en un comportamiento inesperado del misil o cohete, pudiendo tener un resultado catastrófico [5].

La integridad estructural de los propulsores sólidos de material compuesto viene regida por la matriz

polimérica, la cual, se caracteriza por presentar un comportamiento viscoelástico. Por tanto, las aproximaciones de la Mecánica de la Fractura no son aplicables para la caracterización a fractura de estos materiales [6]. Por ello, Knauss [7] y Schapery [8] desarrollaron una metodología para determinar el comportamiento a fractura de materiales viscoelásticos, lineales o no lineales.

Este trabajo tiene como objetivo analizar el comportamiento a fractura de un propulsante sólido de material compuesto ensayado a tres velocidades de desplazamiento diferentes. Se aplicará la Mecánica de la Fractura Viscoelástica, en concreto, la metodología de la integral J y del *Crack Tip Opening Displacement* (CTOD) para obtener las curvas de resistencia, J-R y δ -R, así como los valores asociados al inicio de la propagación de la grieta en términos de la integral J, J_{vc} , o del CTOD, δ_c^e .

2. METODOLOGÍA

2.1. Curvas J-R

Knauss [7] y Schapery [8] desarrollaron la Mecánica de la Fractura Viscoelástica basada en el principio de correspondencia. Según éste, si dos configuraciones idénticas, una de material elástico y otra de material viscoelástico, están sometidas a las mismas fuerzas externas, lo que conduce al mismo estado tensional en ambos materiales, los desplazamientos asociados a las deformaciones en el material viscoelástico, D , están relacionados con los desplazamientos del problema elástico de referencia o pseudo desplazamientos, D^e , a través de las integrales hereditarias:

$$D^e = \frac{D}{E_R} \frac{1}{t} \int_0^t E(t) dt \quad (1)$$

donde $E(t)$ es el módulo de relajación, E_R es el módulo de referencia y t es la variable del tiempo.

Schapery introdujo el concepto de la integral J para materiales viscoelásticos, lineales o no lineales [8]:

$$J_v = -\frac{1}{B} \left(\frac{\partial}{\partial a} \int_0^{D^e} P dD^e \right) \quad (2)$$

siendo B el espesor de la probeta, a la longitud de la grieta y P la fuerza. Esta integral puede expresarse en función de la energía absorbida en un ensayo de fractura como

$$J_v = \frac{\eta U}{B(W - a_0)} \quad (3)$$

donde U es la energía bajo la curva fuerza vs pseudo desplazamiento y η es un parámetro que depende de la configuración.

En el ensayo de fractura, son de interés dos procesos consecutivos: el enromamiento de la punta de la grieta y el crecimiento estable de la grieta. Durante el proceso de enromamiento, la relación entre la integral J y el crecimiento aparente de grieta se considera la relación dada por

$$J_v = 2m\sigma_y \Delta a \quad (4)$$

siendo Δa la longitud del crecimiento de grieta, σ_y la tensión de cedencia del material y m una constante adimensional que depende del estado tensional y de las propiedades del material. Por otro lado, durante el proceso de crecimiento estable de la grieta, la relación entre la integral J y el crecimiento de la grieta se ajusta a una ley potencial del tipo

$$J_v = C_1 \Delta a^{C_2} \quad (5)$$

siendo C_1 y C_2 constantes del material con $C_2 \leq 1$.

El valor crítico de la integral J se puede determinar según diferentes procedimientos. En el presente trabajo se ha determinado mediante la observación óptica de la iniciación de la propagación de la grieta y determinando el valor de la integral J para dicho instante, J_{vc} . Para que este resultado se encuentre en condiciones de deformación plana se debe cumplir [9]:

$$B, (W - a_0) \geq 25 \frac{J_{vc}}{\sigma_y} \quad (6)$$

2.2. Curvas δ -R

Otra manera de caracterizar el comportamiento a fractura de materiales con comportamiento no lineal es empleando la metodología del CTOD (*Crack Tip Opening Displacement*) [10]. Este parámetro, aplicado a materiales con comportamiento independiente del tiempo, está relacionado con la integral J a través de:

$$J = m\sigma_y \delta \quad (7)$$

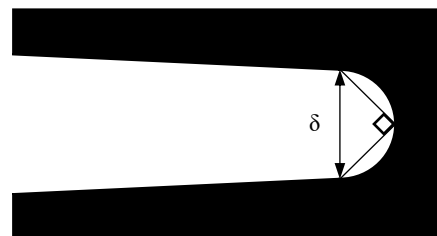


Figura 1. Criterio de intersección de 90 °.

Experimentalmente, el CTOD fue medido a través de métodos ópticos empleando una de las definiciones más aceptadas del CTOD: la amplitud de la punta de la grieta según la intersección de 90 °, δ (Figura 1).

Para materiales viscoelásticos, lineales o no lineales, el pseudo CTOD, δ^e ,

$$\delta^e = \frac{\delta}{E_R} \frac{1}{t} \int_0^t E(t) dt \quad (8)$$

De forma análoga a las curvas de resistencia J-R se construyen las curvas δ -R y se identifican los dos mismos procesos de interés. La relación entre el CTOD y el crecimiento aparente de grieta en el enromamiento viene dada por

$$\delta^e = 2m\sigma_y \Delta a \quad (9)$$

Y la relación entre el CTOD y el crecimiento estable de grieta por

$$\delta^e = C'_1 \Delta a C'_2 \quad (10)$$

El valor crítico del CTOD se ha determinado en este trabajo mediante la observación óptica de la iniciación de la propagación de la grieta y midiendo la apertura de la punta de la grieta para dicho instante, δ_c^e . Para que este resultado se encuentre en condiciones de deformación plana se debe cumplir [11] (para metales):

$$B, (W - a_0) \geq 10m\delta_c^e \quad (11)$$

3. PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL

3.1. Material

El propulsante sólido analizado en este trabajo proviene de un motor de aceleración y está compuesto de una matriz de polibutadieno carboxiterminal (CTPB, por sus siglas en inglés) con una carga de oxidante de perclorato amónico del $54,2 \pm 1,0$ % wt, una carga de combustible de aluminio del $16,0 \pm 0,7$ % wt y plastificante en un $3,6 \pm 0,3$ % wt. Además de otros aditivos en cantidades muy inferiores en peso a las señaladas. El tamaño de las partículas de perclorato amónico presenta una distribución normal centrada en $120 \mu\text{m}$ [12].

3.2. Ensayos de relajación

Para los ensayos de relajación se empleó una máquina de DMA Q800 de TA Instruments en la configuración de flexión en tres puntos con una luz entre apoyos de 50 mm. Las probetas empleadas fueron de geometría prismática de sección rectangular con dimensiones de $64 \times 13 \times 6,5$ mm³. Los ensayos se realizaron a una temperatura de 20 °C, aplicando una deformación de un 1,5 % con una rampa de carga de 5 s, manteniendo esa deformación durante 30 minutos.

3.3. Ensayos de tracción

Los ensayos de tracción se llevaron a cabo a 20 °C y a tres velocidades de desplazamiento, 0,5, 5 y 50 mm/min, en una máquina universal de ensayos electromecánica Instron 5967 con una célula de carga de 500 N. Las probetas empleadas fueron de geometría prismática de sección rectangular con unas dimensiones en el fuste de $70 \times 12,5 \times 25$ mm³. Para el cálculo de las deformaciones se empleó la técnica de Correlación Digital de Imágenes (CDI) utilizando un sistema de videoextensometría VIC2D.

3.4. Ensayos de fractura

Los ensayos de fractura se realizaron a una temperatura de 20 °C y a tres velocidades de desplazamiento, 0,5, 5 y 50 mm/min, en la misma máquina de Instron que se empleó para los ensayos de tracción.

La configuración utilizada ha sido de tipo SENT (*Single Edge Notched Tensión*) con unas dimensiones de las probetas de $70 \times 12,5 \times 25$ mm³. Se introdujo una grieta afilada con una cuchilla afilada en un lateral de la probeta, siendo la relación entre la longitud de grieta inicial, a_0 , y la anchura, W , de 0,634.

La propagación de la grieta se ha medido empleando técnicas ópticas superficiales haciendo uso del mismo equipo de videoextensometría.

Se han construido las curvas $J_v - \Delta a$ (para la configuración SENT $\eta = 1,1$ para la relación a/W empleada en este trabajo [13]) y $\delta^e - \Delta a$ y se han ajustado las zonas de enromamiento y crecimiento estable de grieta a las Ecuaciones (4-5) y (9-10), respectivamente. Los valores de iniciación de la propagación de la grieta, J_{vC} , y δ_c^e , se han determinado mediante técnicas ópticas.

Las superficies de fractura fueron analizadas mediante microscopía electrónica de barrido con el microscopio Hitachi S3400, con el fin de determinar los mecanismos de fractura más relevantes en función de la velocidad de desplazamiento.

4. RESULTADOS

4.1. Curvas de relajación

En la Figura 2 se muestran los resultados de los ensayos de relajación. La curva con la línea sólida representa la curva media y las curvas punteadas representan la banda que recoge los resultados de todos los ensayos experimentales realizados.

La curva de relajación mostrada en la Figura 2 se ajusta a una serie de Prony de tercer orden cuyos valores de las constantes se recogen en la Tabla 1.

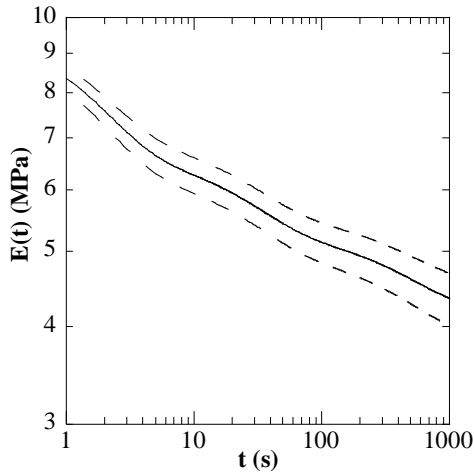


Figura 2. Curva de relajación.

El ajuste de la función se ha realizado a través del método de los mínimos cuadrados haciendo uso de la función *fmincon* de la herramienta *Optimization Toolbox* de MATLAB® aplicando como condición para el ajuste a la serie de Prony que todas las constantes deben ser positivas.

Tabla 1. Constantes de la serie de Prony. Unidades de módulo en MPa y tiempo de relajación en s.

E_{∞}	4,2082	-	-
E_1	2,9665	τ_1	1,8197
E_2	1,3967	τ_2	28,5505
E_3	1,0835	τ_3	499,5837

4.2. Tracción

El módulo elástico, E , y la tensión de cedencia, σ_y , del propulsante sólido se recogen en la Tabla 2.

Tabla 2. Propiedades mecánicas del propulsante sólido.

$\dot{\Delta}$ (mm/min)	E (MPa)	σ_y (MPa)
0,5	6,2±0,5	0,43±0,02
5	6,3±2,2	0,55±0,04
50	12,6±2,1	0,54±0,07

El módulo elástico se ve afectado a 50 mm/min, siendo mayor que para 0,5 y 5 mm/min, velocidades para las que no se observa influencia de la velocidad. Respecto a la tensión de cedencia, a las velocidades de 5 y 50 mm/min no se aprecia una influencia de la velocidad y sí a 0,5 mm/min, siendo para ésta menor.

4.3. Fractura

4.3.1. Curvas J-R

En la Figura 3 se muestra el efecto de la corrección del desplazamiento mediante la Ecuación (1) sobre las curvas fuerza vs desplazamiento.

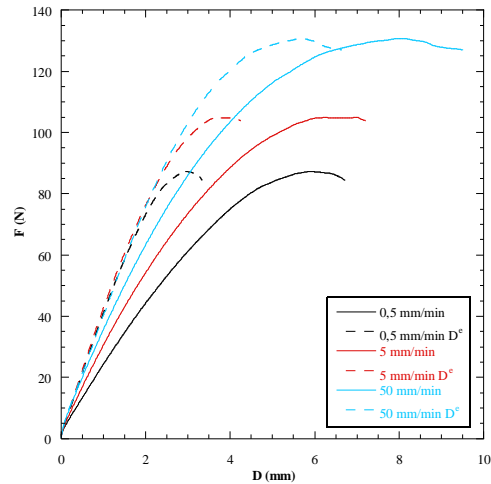


Figura 3. Curvas fuerza vs desplazamiento (trazo continuo) y fuerza vs pseudo desplazamiento (trazo discontinuo).

En la Figura 3 se puede observar que las curvas corregidas (trazo discontinuo) se desplazan hacia la izquierda al eliminar la contribución energética asociados a fenómenos disipativos ligados a la viscoelasticidad. Además, se produce un solapamiento de las curvas a diferentes velocidades de desplazamiento. No obstante, se sigue apreciando un notable efecto de la velocidad de deformación debido al aumento de la capacidad resistente.

Las curvas de resistencia J_v-R se muestran en la Figura 4. Se puede observar que, a medida que aumenta la velocidad de desplazamiento, la energía necesaria para producir la propagación de la grieta es mayor.

Se ha identificado la zona de enroscamiento para un crecimiento de grieta menor a los $0,3 \pm 0,1$ mm para las velocidades de 0,5 y 5 mm/min y menor a $0,5 \pm 0,1$ mm para la velocidad de 50 mm/min. Los resultados de los ajustes de ambas regiones según las Ecuaciones (4) y (5) se recogen en la Tabla 3. Además, en dicha tabla se muestran también el valor de la integral J para la iniciación de la propagación de la grieta, J_{vc} . En primer lugar, los ensayos no cumplieron el requisito dado por la Ecuación (6) y, por tanto, no se encontraban en condiciones de deformación plana. En segundo lugar, al aumentar la velocidad de desplazamiento, se aumenta la energía necesaria para iniciar la propagación. Claramente se observa, además, que las curvas J-R obtenida a partir de los ensayos a 50 mm/min se encontraban por encima de las de 5 y 0,5 mm/min, siendo la diferencia entre estas

últimas menor. Esto se infiere de la constante C_1 , la cual indica que la curva se sitúa más alta (más energía) para una mayor velocidad. Sin embargo, la pendiente de la curva, influenciada por C_2 , no parece verse afectada por la velocidad.

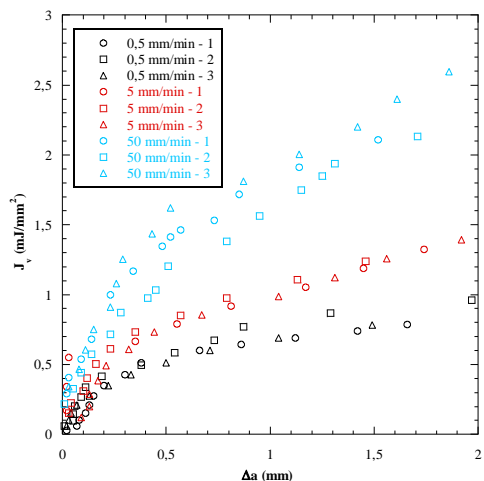


Figura 4. Curvas J_v vs Δa .

El efecto de la velocidad en la pendiente de la zona de enromamiento debe analizarse detenidamente, puesto que al tener en cuenta la tensión de cedencia del material a cada velocidad de desplazamiento (Tabla 2), se obtiene que la constante m resulta ser independiente de la velocidad del ensayo, con un valor de $2,3 \pm 0,2$.

Tabla 3. Parámetros de las curvas J-R.

\dot{D} (mm/min)	Propagación estable			Enrom $2m\sigma_y$ (MPa)
	J_{vc} (mJ/mm ²)	C_1	C_2	
0,5	$0,5 \pm 0,1$	$0,70 \pm 0,05$	$0,38 \pm 0,04$	$1,8 \pm 0,4$
5	$0,7 \pm 0,2$	$1,03 \pm 0,02$	$0,41 \pm 0,03$	$2,7 \pm 0,6$
50	$1,4 \pm 0,1$	$1,8 \pm 0,2$	$0,4 \pm 0,1$	$2,6 \pm 0,8$

4.3.2. Curvas δ -R

En la Figura 5 se muestran las curvas de resistencia δ^e -R, donde se observa que a mayor velocidad, mayor es la apertura de la punta de la grieta.

La zona de enromamiento se sitúa en los mismos valores de crecimiento de grieta que los expuestos para las curvas J-R, puesto que hacen referencia a los mismos ensayos. En la Tabla 4 se recogen los valores de pseudo CTOD para el inicio de la propagación de la grieta, δ_c^e , y los parámetros característicos de la curva δ -R.

Las tendencias observadas para las curvas J-R se repiten para las curvas δ -R. Las curvas de resistencia a 50 mm/min estaban por encima de las de 5 y 0,5 mm/min, siendo menor la diferencia entre ellas.

De forma análoga, los valores de apertura asociados a la iniciación aumentaban a mayor velocidad de desplazamiento. En relación con la zona de enromamiento, el valor de la constante adimensional m para todas las velocidades de desplazamiento fue idéntico y de valor igual a $2,0 \pm 0,2$. Por último, ninguno de los datos se encontraba en condiciones de deformación plana.

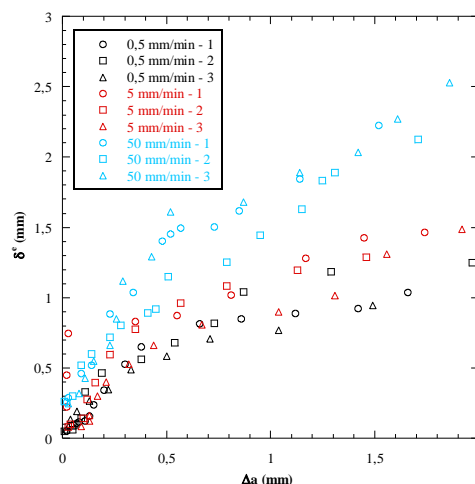


Figura 5. Curvas δ^e vs Δa .

Tabla 4. Parámetros de las curvas δ -R.

\dot{D} (mm/min)	Propagación estable			Enrom
	δ_c^e (mm)	C_1	C_2	
0,5	$0,9 \pm 0,2$	$0,9 \pm 0,1$	$0,4 \pm 0,1$	$1,5 \pm 0,2$
5	$0,8 \pm 0,3$	$1,1 \pm 0,1$	$0,5 \pm 0,2$	$2,3 \pm 0,4$
50	$1,3 \pm 0,1$	$1,7 \pm 0,2$	$0,4 \pm 0,1$	$2,3 \pm 0,7$

Finalmente, es importante mencionar que la relación entre J y δ dada por la Ecuación (7) se cumple para este propulsante sólido.

4.4. Fractografía

Las imágenes de las superficies de fractura para las tres velocidades de desplazamiento ensayadas se muestran en la Figura 6. En primer lugar, la rugosidad de las superficies de fractura fue mayor cuanto mayor fue la velocidad de desplazamiento. En segundo lugar, a bajas velocidades de desplazamiento la grieta avanza preferentemente a través de la matriz ligante. Sin embargo, a mayores velocidades se pueden apreciar zonas de estas partículas libres de ligante, lo que indica que la grieta progresa a través de la intercara matriz-partícula, requiriendo mayor energía en el proceso.

4. CONCLUSIONES

En este trabajo se ha caracterizado el comportamiento a fractura de un propulsante sólido de material compuesto

de CTPB empleando la metodología de la Mecánica de la Fractura Viscoelástica. Para ello se han realizado ensayos de fractura a tres velocidades de desplazamiento. Un aumento en la velocidad provoca un aumento en la energía necesaria para iniciar la propagación y posterior avance de la grieta. Un efecto equivalente se ha visto para el CTOD, siendo necesaria una mayor apertura de la punta de la grieta para iniciar la propagación y posterior crecimiento de la grieta. Aunque los valores de la integral J y del CTOD fueron medidos y analizados de forma independiente, en todos los casos, se verificó la relación existente entre ambos parámetros, dada por la Ecuación (7).

partícula, lo que evidencia que este último mecanismo requiere mayor energía para producirse.

AGRADECIMIENTOS

Los autores desean expresar su agradecimiento en primer lugar, al Instituto Nacional de Técnica Aeroespacial (INTA) por el acceso a los materiales y sus instalaciones para el desarrollo de este trabajo, y, en segundo lugar, al Ministerio de Ciencia, Innovación y Universidades por la financiación a través del proyecto PID2019-108968RB-I00

REFERENCIAS

- [1] W. G. Knauss, *Int. J. Fract.*, vol. 196, (2015): 99-146. doi: 10.1007/s10704-015-0058-6.
- [2] B. N. Rao, *Eng. Fract. Mech.*, vol. 43, (1992): 455-459. doi: 10.1016/0013-7944(92)90113-S.
- [3] B. P. Mason and C. M. Roland, *Rubber Chem. Technol.*, vol. 92, (2019): 1-24. doi: 10.5254/rct.19.80456.
- [4] C. D. Bencher *et al*, *J. Spacecraft Rockets*, vol. 32, (1995): 328-334. doi: 10.2514/3.26614.
- [5] G. S. Tussiwand *et al*, *J. Propuls. Power*, vol. 25, (2009): 60-73. doi: 10.2514/1.34227.
- [6] T. L. Anderson, *Fracture Mechanics: Fundamentals and Applications*, (2017). doi: 10.1201/9781315370293.
- [7] W. G. Knauss, "On the steady propagation of a crack in a viscoelastic sheet: Experiments and analysis", en *Deformation and Fracture of High Polymers*, (1973). doi: 10.1007/978-1-4757-1263-6_27.
- [8] R. A. Schapery, *Int. J. Fract.*, vol. 25, (1984): 195-223. doi: 10.1007/BF01140837.
- [9] D. R. Moore, J. G. Williams and A. Pavan, *Fracture Mechanics Testing Methods for Polymers, Adhesives and Composites*, (2001).
- [10] A. A. Wells, "Unstable crack propagation in metals: Cleavage and fast fracture", en *Proceedings of the Crack Propagation Symposium*, (1961).
- [11] ASTM E1820-20b, *Standard Test Method for Measurement of Fracture Toughness*, ASTM International, West Conshohocken, PA, (2020).
- [12] R. López *et al*, *Int. J. Fract.*, vol. 223, (2020): 3-15. doi: 10.1007/s10704-020-00435-5.
- [13] X. Zhu, *Int. J. Press. Vessels Pip.*, vol. 156, (2017): 40-58. doi: 10.1016/j.ijpvp.2017.07.004.

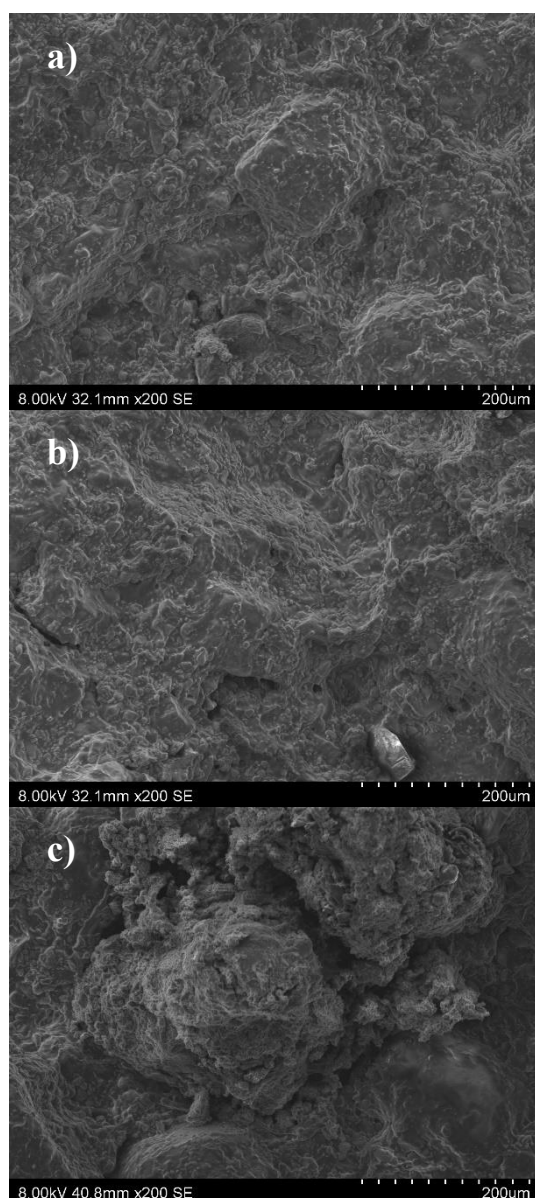


Figura 6. Superficies de fractura de los ensayos de fractura realizados a velocidades de a) 0,5 mm/min, b) 5 mm/min y c) 50 mm/min.

Por último, se ha determinado que a bajas velocidades de desplazamiento la grieta avanza a través de la matriz y a mayores velocidades a través de la intercara matriz-

PREDICCIÓN PROBABILÍSTICA DE LA TENACIDAD A FRACTURA DE LA RESINA EPOXI EPOLAM 2025 INCLUYENDO EL EFECTO DEL RADIO DE ENTALLA

A. Álvarez-Vázquez¹, M. Muñoz-Calvente¹, P. Fernández-Fernández¹, A. Fernández-Canteli¹, M. J. Lamela-Rey¹

¹ Departamento de Construcción e Ingeniería de Fabricación
Escuela Politécnica de Ingeniería de Gijón, Universidad de Oviedo
Campus de Viesques, 33206, Asturias, España

RESUMEN

El diseño de componentes poliméricos comprende frecuentemente el análisis de entallas como elementos representativos de detalles estructurales. Los modelos utilizados en la predicción de fallo se basan en la identificación conservadora del comportamiento de componentes entallados con el de componentes agrietados. Entre estos modelos cabe destacar aquellos basados en el concepto de tenacidad a fractura aparente K_c^N . Sin embargo, debido a la naturaleza intrínsecamente aleatoria del proceso de fractura, las metodologías deterministas deberían de ser reemplazadas por otras probabilistas capaces de evaluar la variabilidad observada en el fallo de estos componentes, dando lugar así a diseños más fiables. En este trabajo se propone una aproximación probabilística de la Teoría de las Distancias Críticas (TCD) para predecir la tenacidad a fractura de la resina epoxi EPOLAM 2025 en probetas CT para distintos radios de entalla. En primer lugar, los resultados experimentales de tenacidad a fractura aparente para distintas entallas se transforman a una entalla única de referencia, $\rho = 0$, mediante la TCD. En segundo lugar, se definen probabilísticamente la tenacidad a fractura K_c del material mediante las fórmulas de punteo como una distribución de Weibull a partir de todos los resultados experimentales de las distintas entallas una vez transformados en el paso anterior. De esta forma, utilizando de nuevo la TCD se consigue definir el campo $K_c^N - \rho$ para cualquier valor del radio de entalla de forma probabilística. Finalmente, con objeto de validar el modelo, se comparan las predicciones realizadas con aquellas originales de la TCD determinística.

PALABRAS CLAVE: Componentes entallados; Predicción probabilística de fallo; Teoría de Distancia Crítica.

ABSTRACT

Design of polymeric components are often concerned with notches as representative constructive details. The fracture assessment of these components based on the assumption of cracked components leads to over-conservative failure predictions. For this reason, several approaches have been proposed based on the apparent fracture toughness K_c^N . Most of these approaches, however, are based on deterministic assumptions though the random character exhibited by the observed K_c^N values for different notch radii. To this aim, a probabilistic extension of the Theory of Critical Distances (TCD) is proposed in this work to predict the fracture toughness of epoxy resin EPOLAM 2025 CT specimens for different notch radii. Firstly, the TCD is applied to transform each apparent fracture toughness into the equivalent fracture toughness for $\rho = 0$. Then, by applying plotting position schemes on these transformed values, the fracture toughness is probabilistically defined as a Weibull distribution. Then, the TCD is again used to recover the original values at different notch radii, allowing the $K_c^N - \rho$ field to be analytically derived for any notch condition. Finally, the probabilistic predictions are compared with those from the original deterministic TCD method in order to validate the proposed model.

KEYWORDS: Notched components; Failure probabilistic prediction; Theory of Critical Distances.

INTRODUCCIÓN Y MOTIVACIÓN

Las resinas epoxi son uno de los polímeros reticulados más comúnmente utilizados en la familia de los polímeros termofijos [1,2]. Debido a sus propiedades mecánicas y su comportamiento en servicio, su uso se encuentra muy extendido en aplicaciones aeronáuticas y automovilísticas. Dentro de la familia de las resinas epoxi, en este trabajo se analizará el comportamiento de la denominada EPOLAM 2025, caracterizada por

presentar un comportamiento altamente frágil y siendo aún un material novedoso y poco estudiado en la literatura. Su potencial interés radica en sus aplicaciones como adhesivo en materiales compuestos con matriz termofija.

Generalmente, se distinguen dos modos de fallo en este tipo de materiales: aquellos que provienen de la formación de grietas, y su correspondiente evolución, y aquellos que provienen de entallas. Estas últimas están

presentes en multitud de diseños, ya que simulan distintos detalles geométricos (agujeros, uniones, cambios de sección, radios de acuerdo, etc.), en tanto que concentradores de tensión y, en consecuencia, zonas altamente críticas en las que producirse el fallo catastrófico del componente. Por este motivo, el estudio del fallo de este tipo de componentes poliméricos con presencia de entallas resulta de gran interés en la práctica.

Tradicionalmente, la fractura de componentes entallados se realizaba bajo la hipótesis de asimilación a componentes agrietados [3], a través de la definición de la tenacidad aparente a fractura K_c^N , lo que conducía a predicciones demasiado conservadoras. Además, estas aproximaciones eran deterministas e incapaces de considerar en sus predicciones la inherente y significativa variabilidad producida en los ensayos a fractura. Por este motivo, la necesidad de desarrollar modelos probabilísticos que proporcionen información fiable al diseño de componentes reales basada en curvas percentiles es actual e ineludible.

Con todo ello, el objetivo de este trabajo es el desarrollo de una metodología probabilística para la predicción de componentes entallados a partir de la teoría de las distancias críticas. De esta forma, los resultados experimentales de la tenacidad aparente a fractura con distintos radios de entalla podrán ser convertidos a una tenacidad equivalente a fractura para un radio de entalla de referencia ($\rho = 0$) y ser evaluados conjuntamente en una única curva cdf de Weibull. Como resultado, la variabilidad de condiciones de radios de entallas diferentes presentes en campañas experimentales puede verse reducida, proporcionando una información más fiable, además de probabilística, en la predicción de fallo de componentes para cualquier radio de entalla. La aplicabilidad de esta metodología se ejemplificará mediante una campaña experimental desarrollada en este trabajo en la resina epoxi EPOLAM 2025 con cinco radios de entalla distintos.

Este trabajo se organiza como sigue. Tras esta breve introducción y motivación, la Sección 2 describirá los materiales y métodos empleados en la caracterización a fractura desarrollado en esta investigación. La Sección 3 desarrollará la metodología propuesta en este trabajo en distintos pasos. La Sección 4 permitirá ejemplificar la aplicabilidad de la metodología propuesta con una campaña experimental desarrollada sobre probetas CT en EPOLAM 2025 con distintos radios de entalla. Finalmente, la Sección 5 resumirá brevemente las principales conclusiones derivadas de este trabajo.

MATERIALES Y MÉTODOS

2.1. Material

El material bajo estudio es una resina epoxi denominada EPOLAM 2025, suministrada por AXSON Technologies (Barcelona, España). Los procesos de mezclado y curado posteriores fueron llevados a cabo en el Instituto Nacional de Técnica Aeroespacial (INTA), Madrid, España. Las propiedades mecánicas de este material

obtenidas en ensayos de tracción uniaxial son las indicadas en la Tabla 1. Finalmente, el proceso de mecanizado de estas probetas tipo CT con cuatro radios de entalla diferentes $\rho = \{0.25, 0.5, 1, 2\}$, de acuerdo a las dimensiones indicadas en la Figura 1, fue encargado a PRODINTEC, Gijón, España. El número total de probetas fabricadas fue de 20, con 5 unidades para cada uno de los radios de entalla.

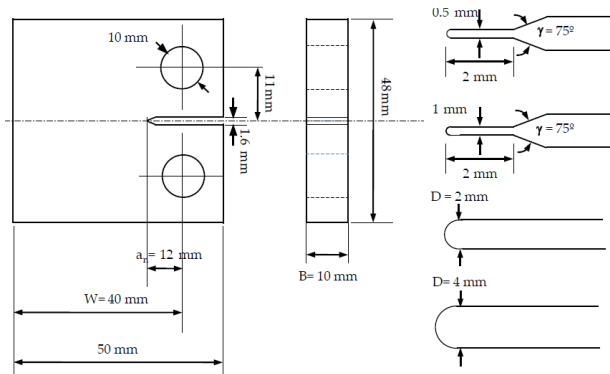


Figura 1. Dimensiones de las probetas CT con las entallas mecanizadas de distinto radio (0.25, 0.5, 1, 2 mm.).

Tabla 1. Propiedades mecánicas de EPOLAM 2025

E [Gpa]	σ_u [MPa]	ν
3.2	73	0.36

2.2. Metodología experimental para la medición de la tenacidad a fractura

La caracterización experimental a fractura de las probetas CT fue desarrollada conforme a lo establecido en la norma ASTM D5045 [4], con una velocidad de deformación de 0.5 mm/min a temperatura ambiente en una máquina MTS con una célula de carga de 5 kN. Los ensayos de fractura fueron repetidos un total de 5 veces por cada radio de entalla.

METODOLOGÍA PROPUESTA

La metodología propuesta ha sido satisfactoriamente aplicada por los autores en un trabajo previo [5,6] en materiales metálicos y con distintas temperaturas. En este estudio, sólo se tendrá en cuenta el efecto de la entalla. La Figura 2 ilustra un diagrama de flujo con los principales pasos de la metodología.

3.1. Determinación de la tenacidad aparente a fractura K_c^N

La aplicación de la formulación de probetas agrietadas a probetas entalladas, conforme a lo propuesto en la norma ASTM D5045-99 [4] permite definir la tenacidad aparente a fracture K_c^N en probetas CT:

$$K_c^N = \frac{P}{BW^{1/2}} f(x) \quad (1)$$

donde P es la carga máxima, B el espesor de la probeta, W el ancho de la probeta, a el tamaño de la grieta, x definido como el cociente $x = a/W$ y $f(x)$ como sigue:

$$f(x) = \frac{(2+x)(0.8866 + 4.64x - 13.32x^2 + 14.72x^3 - 5.6x^3)}{(1-x)^{3/2}} \quad (2)$$

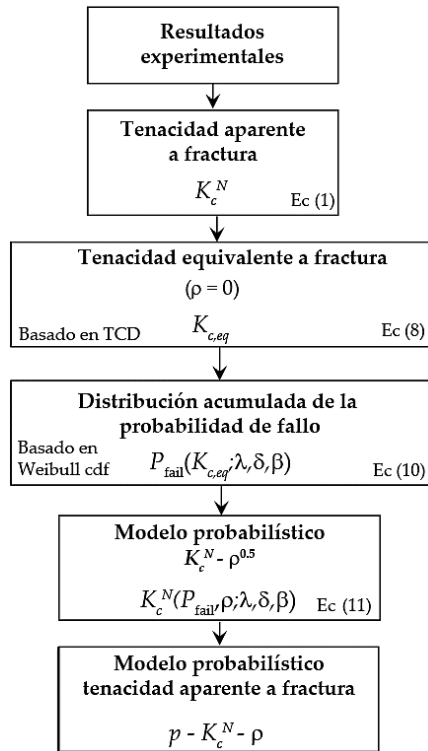


Figura 2. Diagrama de flujo de la metodología propuesta.

3.2. Conversión a la tenacidad aparente a fractura equivalente $K_{c,eq}$

Tras la definición de la tenacidad aparente a fractura, la metodología propuesta aplica la Teoría de las Distancias Críticas [7] para describir el efecto del radio de entalla. De acuerdo a este método, en su versión elemental denominada Método del Punto (PM), la fractura tendrá lugar cuando la tensión a una distancia de $L/2$ desde la entalla alcance el valor crítico de la tensión inherente σ_0 , es decir,

$$\sigma\left(\frac{L}{2}\right) = \sigma_0 \quad (3)$$

donde L se conoce la distancia crítica, considerada como una característica inherente al material y definida como sigue:

$$L = \frac{1}{\pi} \left(\frac{K_c}{\sigma_0} \right)^2 \quad (4)$$

con K_c como el factor de intensidad de tensiones crítico, es decir, la tenacidad a fractura del material. El valor de la tensión crítica inherente σ_0 debe de ser calibrado, siendo normalmente mayor que la tensión última del material.

Como una extensión natural del PM surge el denominado Método de la Línea (LM), según la cual la fractura tendrá lugar cuando la tensión media sobre una longitud $2L$ alcance este valor crítico de tensión, es decir,

$$\frac{1}{2L} \int_0^{2L} \sigma(r) dr = \sigma_0 \quad (5)$$

donde la distancia crítica viene dada por la Ec. (4). Con todo ello, el método de las distancias críticas permite derivar expresiones más sencillas para la descripción del efecto de entalla a partir de formulaciones teóricas clásicas, como es el caso de Creager and Paris [8]:

$$\sigma(r) = \frac{K}{\sqrt{\pi}} \frac{2(r + \rho)}{(2r + \rho)^{3/2}} \quad (6)$$

la cual permite determinar la tensión alrededor de la entalla, siendo K el factor de intensidad de tensiones. De esta forma, mediante la aplicación de la LM en las Ec. (5) y (6) se obtiene la propuesta alternativa de la teoría de las distancias críticas para la tenacidad aparente a fractura:

$$K_c^N = K_c \sqrt{1 + \frac{\rho}{4L}} \quad (7)$$

con la distancia crítica L como el parámetro del modelo, resultando así definida la tenacidad aparente a fractura como la tenacidad a fractura del material por un coeficiente corrector dependiente del radio de entalla.

La metodología propuesta sugiere invertir la Ec. (7) para convertir los valores experimentales de la tenacidad aparente a fractura K_c^N para distintas condiciones de radio de entalla a una única de referencia, para $\rho = 0$. Por tanto, resolviendo la Ec. (7) para la tenacidad a fractura del material K_c se obtiene la definición de la tenacidad equivalente a fractura $K_{c,eq}$ para $\rho = 0$:

$$K_{c,eq} = K_c^N \sqrt{\frac{4L}{4L + \rho}} \quad (8)$$

Como resultado, los datos experimentales para distintos radios de entalla ($K_{c1}^N, K_{c2}^N, \dots, K_{cn}^N$) pueden ser transformados a la tenacidad equivalente a fractura ($K_{c1}^N, K_{c,eq1}, K_{c,eq2}, \dots, K_{c,eqn}$) para un radio de entalla de referencia $\rho = 0$ a partir de la Ec. (8), y con ello ser utilizados de forma conjunta en la caracterización a fractura del material independientemente del efecto del radio de entalla.

3.3. Derivación de la probabilidad acumulada de fallo

Una vez han sido obtenidos los valores de la tenacidad equivalente a fractura, se propone derivar la aproximación probabilística propuesta en esta metodología. En este sentido, la probabilidad de fallo P_{falloi} asociada a la tenacidad equivalente a fractura i -ésima $K_{c,eqi}$ se puede obtener directamente a partir de la fórmula de punteo de Bernard [9]:

$$P_{falloi} = \frac{i - 0.3}{n + 0.4}, \quad i = 1, 2, \dots, n \quad (9)$$

donde n representa el número total de resultados experimentales. A partir de la condición de mínimos vinculada con el criterio de fractura [10,11] se deduce que esta probabilidad de fallo puede ser definida a partir de una distribución tri-paramétrica de Weibull:

$$P_{fallo}(K_{c,eq}; \lambda, \delta, \beta) = 1 - \exp\left[-\left(\frac{K_{c,eq} - \lambda}{\delta}\right)^\beta\right], \quad K_{c,eq} > \lambda \quad (10)$$

donde δ , λ , β representan los parámetros de escala, localización y forma de la distribución de Weibull, respectivamente. Nótese que, como resultado de la conversión de la tenacidad aparente a fractura K_c^N a la tenacidad equivalente $K_{c,eq}$ para un radio de entalla equivalente, todos los resultados experimentales pueden ser descritos y evaluados como una única función de distribución de Weibull, proporcionando una mayor robustez y fiabilidad a la metodología propuesta.

3.4. Derivación del campo probabilístico $K_c^N - \rho^{0.5}$

Finalmente, a partir de la definición probabilística de la tenacidad equivalente a fractura propuesta en la Ec. (10) se pueden obtener directamente las curvas percentiles para la tenacidad aparente a fractura en cualquier condición de radio de entalla mediante la combinación de las Ec. (8) y (10):

$$K_c^N(\rho, P_{fallo}; \lambda, \delta, \beta) = \left[\lambda + \delta \left[-\log(1 - P_{fallo}) \right]^{1/\beta} \right] \sqrt{1 + \frac{\rho}{4L}} \quad (11)$$

con δ , λ , β y L como parámetros del modelo. La Figura 3 ilustra la definición probabilística resultante del campo $K_c^N - \rho^{0.5}$ propuesta por la metodología descrita en este trabajo. Como se puede ver, a partir de la distribución para el radio de entalla de referencia $\rho = 0$ se pueden derivar todas las distribuciones de probabilidad de la tenacidad aparente a fractura para cualquier radio de entalla, proporcionando así una información más realista, basada en probabilidades, para el diseño de componentes reales.

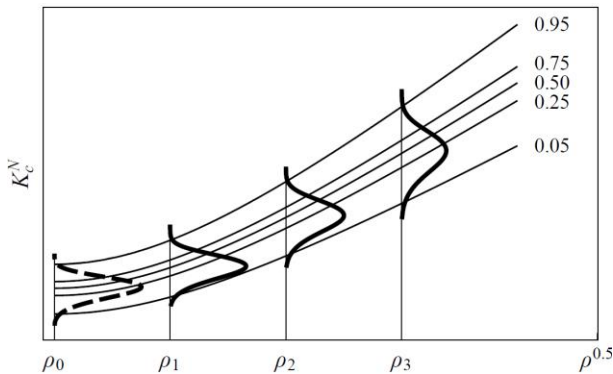


Figura 3. Definición probabilística propuesta del campo $K_c^N - \rho^{0.5}$ con varias curvas iso-percentiles.

EJEMPLO DE APLICACIÓN

En esta sección, se demostrará la aplicabilidad de la metodología propuesta en la evaluación de los resultados experimentales a fractura en EPOLAM 2025.

4.1. Evaluación de los resultados de fractura

Como primer paso de la metodología, los resultados experimentales a fractura se estiman a partir de la teoría de las distancias críticas en su versión LM en la Ec. (7). Para ello, se utiliza como técnica de optimización el

ajuste por mínimos cuadrados, obteniéndose como parámetros:

$$K_c = 1.913 \quad L/2 = 0.0432 \quad (12)$$

Nótese que la tenacidad a fractura del material podría obtenerse de resultados de otros ensayos y de publicaciones de referencia, pero la metodología propuesta estima dicho valor a partir del ajuste de los resultados de fractura. La Figura 4 ilustra el ajuste de los datos experimentales con el LM. Como se puede ver, este método describe adecuadamente el efecto del radio de entalla, incluyendo ese cambio de tendencia para valores bajos del radio.

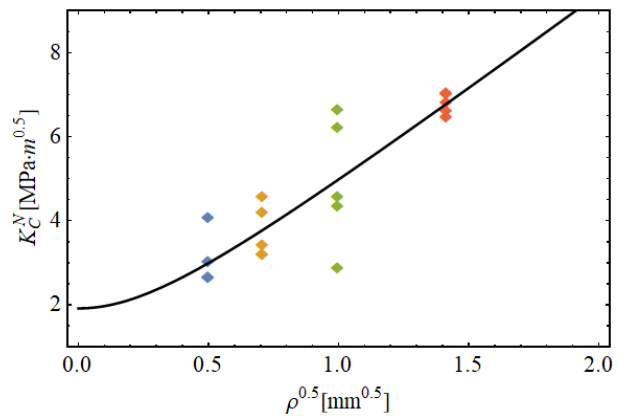


Figura 4. Ajuste óptimo de los resultados experimentales para la tenacidad aparente a fractura con TCD.

A partir de la estimación de estos dos parámetros se puede realizar la conversión de los resultados experimentales para distintos radios de entalla a uno único de referencia con la Ec. (8), obteniéndose así los valores de la tenacidad equivalente a fractura sin más que sustituir en esta ecuación los resultados experimentales de la tenacidad aparente a fractura con su radio de entalla correspondiente.

A continuación, mediante la aplicación de la fórmula de punteo de Bernard en la Ec. (9) se obtienen las probabilidades de fallo asociadas a cada uno de los valores de la tenacidad equivalente a fractura, tal como se puede ver en la Figura 5, donde los valores de $K_{c,eq}$ están representados frente a la probabilidad de fallo. Con ello, mediante el ajuste de la distribución de Weibull en la Ec. (10) se obtienen los siguientes parámetros:

$$P_{fallo} = 1 - \exp\left[-\left(\frac{K_{c,eq} - 0.556}{1.483}\right)^{4.344}\right] \quad (13)$$

En la Figura 5 se puede ver la estimación resultante de los valores de la tenacidad equivalente a fractura a partir de la cdf de Weibull. Como se puede ver, todos los resultados experimentales a distintos radios de entalla pueden ser representados y evaluados conjuntamente en una única curva, lo que permite su uso en la caracterización a fractura del material con una mayor fiabilidad y robustez.

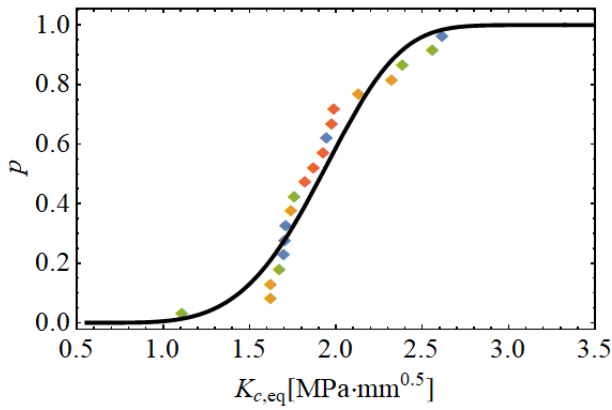


Figura 5. Tenacidad aparente a fractura equivalente y el ajuste con la distribución de Weibull conforme al punteo de Bernard.

Finalmente, resolviendo la la Ec. (13) para la tenacidad equivalente a fractura definida y sustituyéndolo en la Ec. (8) con los parámetros obtenidos en la Ec. (12), se obtiene la definición del campo probabilístico $K_c^N - \rho^{0.5}$ para cualquier condición del radio de entalla:

$$K_c^N(\rho, P_{\text{fallo}}) = \left[0.556 + 1.483 \left[-\log(1 - P_{\text{fallo}})^{0.230} \right] \right] \sqrt{1 + \frac{\rho}{0.1728}} \quad (14)$$

La Figura 6 ilustra las distintas curvas percentiles del campo probabilístico resultante $K_c^N - \rho^{0.5}$ junto con los datos experimentales a distintas entallas. Nótese la robustez de la aproximación probabilística, en comparación con la determinista en la Figura 4, dado que ahora la inherente variabilidad en los datos experimentales de fractura puede ser considerada y tenida en cuenta en las predicciones de fallo para cualquier radio de entalla.

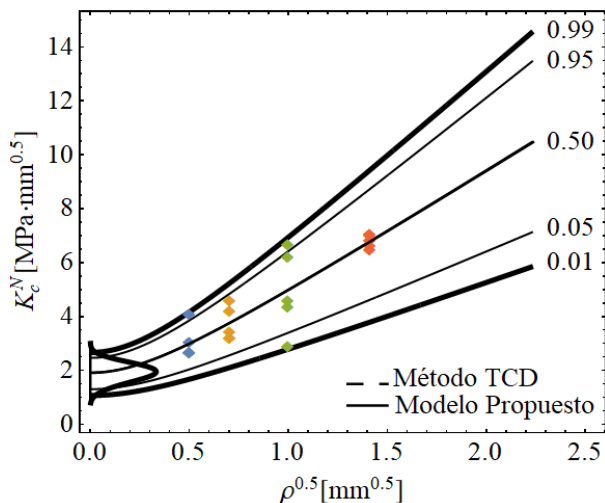


Figura 6. Predicciones teóricas del campo probabilístico $K_c^N - \rho^{0.5}$ y los resultados experimentales de la tenacidad aparente a fracture de EPOLAM 2025.

Por último, como resultado adicional de la metodología propuesta se pueden obtener las funciones de densidad (pdf) y de probabilidad acumulada (cdf) para la tenacidad aparente a fractura en cualquier condición del radio de entalla sin más que resolver la Ec. (14) para K_c^N , tal y

como se puede ver en la Figura 7. También están representados los resultados experimentales en los cinco valores del radio de entalla.

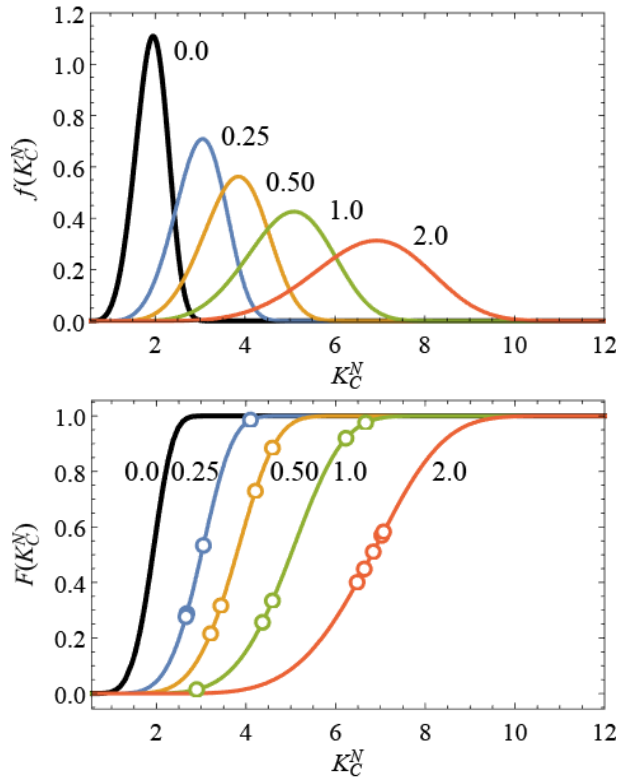


Figura 7. Predicciones teóricas de las pdf y cdf de la tenacidad aparente a fractura para distintos radios de entalla y los valores experimentales de EPOLAM 2025.

4.2. Simulaciones numéricas

Con el objetivo de corroborar la estimación del parámetro L distancia crítica de la metodología propuesta, se ha desarrollado un modelo de elementos finitos para estimar la evolución de la tensión a lo largo de la entalla (Figura 8), tal y como se establece en la formulación original del método de la teoría de las distancias críticas.

Este modelo numérico fue implementado en ABAQUS CAE utilizando elementos hexaédricos cuadráticos 3D (C3D20R), considerando el material EPOLAM 2025 como lineal elástico con las propiedades mecánicas recogidas en la Tabla 1. El comportamiento elástico-lineal fue corroborado en los ensayos a fractura.

Como resultado de estas simulaciones, en la Figura 9 se ilustra la evolución del campo de tensiones en la entalla para distintos valores de ρ . Al ampliar en la zona donde se cortan estas cuatro curvas se pueden constatar dos hechos: la zona de corte para establecer el valor de la distancia crítica corrobora el valor estimado por la metodología propuesta ($L/2 = 0.0432$) y el número de intersecciones en este conjunto de curvas no es uno único sino varios, lo que confirma la adopción de la versión LM de la teoría de distancias críticas.

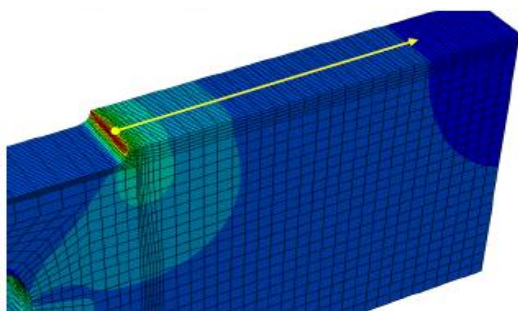


Figura 8. Modelo de elementos finitos de la probeta CT empleada en las simulaciones (superior) y la geometría de la ruta seleccionada (inferior).

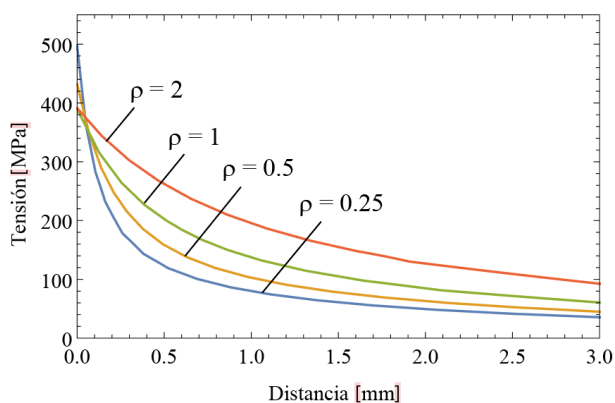


Figura 9. Curvas tensión – distancia obtenidas de las simulaciones numéricas para distintos radios de entalla.

CONCLUSIONES

Las conclusiones derivadas de este trabajo son las siguientes:

- Se ha propuesto una metodología basada en la teoría de las distancias críticas para la predicción probabilística de la tenacidad aparente a fractura con cualquier radio de entalla.
- La metodología propuesta permite considerar conjuntamente todos los resultados de fractura con distintos radios de entalla y evaluarlos en una única función de distribución de Weibull.
- Se ha desarrollado un modelo numérico de la probeta CT para corroborar el proceso de estimación del parámetro distancia crítica L propuesto en la metodología, a partir del análisis de la evolución de la tensión cerca de la entalla.
- La aplicabilidad de la metodología propuesta se corrobora mediante una campaña experimental con EPOLAM 2025 con cuatro radios de entalla diferentes.
- Como resultado adicional de la metodología, se obtienen también directamente las pdf y cdf de la tenacidad aparente a fractura para cualquier radio de entalla.

AGRADECIMIENTOS

Los autores desean agradecer al Ministerio de Economía y Competitividad del Gobierno de España la financiación del Proyecto DPI2016- 80389-C2-2-R (*Predicción probabilística de daño y fallo a fatiga: Aplicación a componentes y estructuras de materiales poliméricos*) de cuyos resultados se deriva este trabajo.

REFERENCIAS

- [1] May, C. A. *Epoxy resins: Chemistry and Technology*; Marcel Dekker: New York, 1988
- [2] Pascault, J.P.; Williams, R. J. J. General concepts about epoxy polymers. In *Epoxy Polymers*; John Wiley & Sons: 2010; pp. 1–12.
- [3] Pluvinage, G. Fatigue and fracture emanating from notch: the use of the notch stress intensity factor. *Nucl Eng Des* 1998, 185(2-3),173–184.
- [4] ASTM D5045-99. Standard test methods for plane-strain fracture toughness and strain energy release rate of plastic materials. ASTM International, West Conshohocken, PA, 2014.
- [5] Muñoz-Calvente, M.; Álvarez-Vázquez, A.; Cicero, S.; Correia, J.; de Jesus, A. M. P.; Blasón, S.; Fernández-Canteli, A.; Berto F. Study of the influence of notch radii and temperature on the probability of failure: a methodology to perform a combined assessment. *Fract Eng Mater Struct* 2019, 42, 2663–2673.
- [6] Álvarez-Vázquez, A.; Muñoz-Calvente, M.; Cicero, S.; Blasón, S.; Correia, J.; de Jesus, A.M.P.; Fernández-Canteli, A. Derivation of cdf of failure from specimens with different notch radii and temperatures. XVIII International Conference on New Trends in Fatigue and Fracture, Lisbon, Portugal, 2018; 267–270.
- [7] Taylor, D. *The Theory of Critical Distances. A New Perspective in Fracture Mechanics*; London: Elsevier; 2007.
- [8] Creager, M.; Paris, P.C. Elastic field equations for blunt cracks with reference to stress corrosion cracking. *Int J Fract* 1967, 44, 247–52.
- [9] Bernard, A.; Bos-Levenbach, E. C. The plotting observations on probability-paper. Stichting Mathematisch Centrum. Statistische Afdeling.
- [10] Castillo, E. *Extreme Value Theory in Engineering*. Academic Press. 1988
- [11] Castillo, E.; Hadi, Ali S.; Balakrishnan, N.; Sarabia, José M. *Extreme Value and Related Models with Applications in Engineering and Science*. John Wiley & Sons: 2005.

EFFECTO DE TAMAÑO EN LAMINADOS CRUZADOS: ESTUDIO DE LA TRANSICIÓN ENTRE ESCALAS DE LA INICIACIÓN DE GRIETAS USANDO UN ENFOQUE VARIACIONAL DE LA MECÁNICA DE LA FRACTURA

T. Guillén Hernández^a, A. Quintana-Corominas^b, I.G. García^{*c}, J. Reinoso^c, M. Paggi^a, A. Turón^d

^aIMT School for Advanced Studies Lucca, Piazza San Francesco 19, 55100, Lucca, Italia

^bBarcelona Supercomputing Center (BSC-CNS), Edificio NEXUS I, Campus Nord UPC, Gran Capitán 2-4, 08034, Barcelona, España

^cGrupo de Elasticidad y Resistencia de Materiales, E.T.S. de Ingeniería, Universidad de Sevilla
Camino de los Descubrimientos s/n, 41092 Sevilla, España

*Persona de contacto: israelgarcia@us.es

^dAMADE, Polytechnic School, Universitat de Girona, Campus Montilivi s/n, 17071 Girona, España

RESUMEN

Este trabajo estudia el fenómeno de agrietamiento transversal en laminados cruzados a partir de la progresión del daño entre escalas. Con este propósito se generaron modelos mesomecánicos de la capa transversal con un nivel de detalle total a la escala micromecánica. Con estos modelos se puede seguir el crecimiento del daño, desde los primeros despegues en la interfaz fibra-matriz, hasta grietas totalmente formadas que abarcan la totalidad del espesor de la capa. Los modelos se basan en la implementación de una zona cohesiva en la interfaz fibra-matriz y de un enfoque variacional de la fractura (conocido en la literatura como *phase field*) para la progresión de las grietas en la matriz. Estos enfoques son especialmente idóneos a escala micromecánica. Entre los resultados más interesantes cabe destacar que la estabilidad del daño en su transición entre escalas se ve muy afectado por el espesor de la capa transversal.

PALABRAS CLAVE: phase field, efecto in-situ, micromecánica, laminados cruzados

ABSTRACT

This work studies the problem of transverse cracking in cross-ply laminates through the progression of the damage across scales. A set of computational models of the transverse ply were generated at the meso scale, including full detail of the geometry at the microscale, with the aim of observing the phenomenon at the two scales. Thanks to these models, it was possible to capture the progression of damage, from small debonds at the fiber-matrix interface to full-thickness cracks at the mesoscale. The models are based on prescribing a cohesive zone model at the fiber-matrix interface and a phase-field approach of fracture at the matrix bulk. This approach is especially suitable at the microscale. Among other interesting results, it was found that the stability of the progression across scales depends strongly on the transverse-ply thickness.

KEYWORDS: phase field, in-situ effect, micromechanics, cross-ply laminates

1. INTRODUCCIÓN

Los materiales compuestos se encuentran actualmente entre los materiales estructurales con mayor importancia en algunas industrias de alta tecnología. Esa importancia ha motivado desde hace unas décadas un gran esfuerzo investigador en comprender varias de las características especiales de estos materiales, en especial en lo que respecta a aquellas que tienen una particular importancia en las aplicaciones prácticas, como la predicción del fallo de estos materiales. La combinación entre su relevancia práctica y la complejidad de sus mecanismos de fallo ha servido de plataforma para la generación de una serie de propuestas que han permitido avanzar enormemente en el

desarrollo de la mecánica de la fractura no convencional.

Entre los problemas clásicos de fallo en materiales compuestos, cabe destacar el fenómeno de agrietamiento transversal en materiales compuestos, ver [1] para una revisión del problema. Dentro de este problema, el efecto de tamaño observado experimentalmente por muchos autores, ver p.e. [2, 3], ha servido para inspirar propuestas y metodologías con las que explicar ese efecto. Según estos experimentos, el nivel de deformación para el que aparece la primera grieta transversal depende del espesor de la capa transversal, de forma especialmente acusada para pequeños espesores. Este resultado contradice a los criterios de fallo clásicos para estos materiales, que están

basados en valores límites para las tensiones o las deformaciones. Estas observaciones experimentales inspiraron la propuesta de varios criterios para su explicación, interpretación y predicción, con enfoques muy diversos a nivel conceptual [4–9], ver [3] para una revisión crítica de los principales criterios.

En el presente trabajo se propone abordar este problema desde el punto de vista micromecánico, siguiendo la idea de trabajos recientes [10–12]. En contraste con estos trabajos, aquí se propone la utilización de un enfoque variacional de la fractura (típicamente denominado *phase field*) para modelar la iniciación y propagación de grietas en una matriz que se considera cuasifrágil. El objetivo es evaluar cómo una grieta, de acuerdo a este modelo, progresa entre escalas, desde una serie de despegues en la interfaz fibra-matriz, que a una escala meso se puede considerar daño difuso, hasta una grieta que abarque todo el espesor de la capa transversal. Esta transición entre escalas se puede considerar la iniciación de una grieta a escala meso y por lo tanto identificarse con el fenómeno medido en los experimentos. El criterio más aceptado actualmente para explicar este efecto de tamaño, el criterio de Dvorak [4, 5], basa sus fundamentos en asumir una progresión estable de un defecto hasta alcanzar una longitud crítica. La explicación para ese crecimiento estable (que contradice el criterio de Griffith) podría estar en las diferentes barreras micromecánicas para su crecimiento.

El artículo se organiza como sigue: En primer lugar, se describe el modelo computacional desarrollado, para posteriormente presentar los principales resultados obtenidos a partir de este modelo. Finalmente, se discuten las implicaciones preliminares que se pueden extraer sobre el efecto de tamaño observado en los experimentos.

2. MODELO COMPUTACIONAL

Los modelos computacionales se basaron en el método de los elementos finitos y se desarrollaron en Abaqus. En la figura 2 se esquematizan las características de estos modelos. Se asumió un estado de deformación plana y la geometría de los modelos se extrajeron a partir del análisis de las micrografías presentadas en los experimentos de Saito [13]. En estos experimentos se ensayaron tres laminados cruzados ([0/90]s), usando para la capa transversal láminas ultradelgadas y para las capas longitudinales láminas convencionales. La geometría del modelo está compuesta por las siguientes partes:

- La capa trasnversal se modela completamente a escala micromecánica, conteniendo todas las fibras observables en las micrografías en [13]. A las fibras se les asocia un comportamiento elástico, lineal e isótropo. Para la matriz se utilizó un enfoque variacional de la mecánica de la fractura basado en asumir una grieta difusa [14], como extensión del

criterio de Griffith, ver figura 1 para un esquema del enfoque y [15] para más detalles sobre la implementación. En las interfases entre las fibras y las matrices se sitúan elementos cohesivos con una ley bilineal.

- Las capas longitudinales se modelan a escala mesomecánica como sólidos homogéneos, asumiendo un comportamiento lineal, elástico y ortótropo. Estas capas se encuentran solidariamente unidas a las capas transversales a través de sus fronteras comunes.
- Los modelos se someten en sus extremos en la longitud a un desplazamiento uniforme de valor δ_x , como se indica en la figura 2. Este desplazamiento se incrementa monótonamente hasta el final de la simulación. Para evitar movimientos como sólido rígido se fija el desplazamiento vertical del punto inferior izquierda.

Material	E [GPa]	ν	\mathcal{G}_C [N/mm]	σ_c [MPa]
Fibra	13	0.2	-	-
Matriz	2.79	0.33	0.02	80

Material	E_{11} [GPa]	E_{22} [GPa]	E_{33} [GPa]
Capa long.	113.5	8.31	8.31
	ν_{12}	ν_{13}	ν_{23}
	0.3	0.3	0.45

Interfaz	σ_c [MPa]	\mathcal{G}_C [N/mm]
Modo I	75	0.002
Modo II	100	0.04

	[0 ₂ /90/0 ₂]	[0 ₂ /90 ₂ /0 ₂]	[0 ₂ /90 ₄ /0 ₂]
L [mm]	0.4	0.8	1.6
$2t_{90}$ [mm]	0.04	0.08	0.16
t_0 [mm]	0.48	0.48	0.48

Tabla 1: Propiedades y parámetros geométricos utilizados en el modelo [13, 16, 17] para los laminados [0₂/90_n/0₂] ($n = 1, 2$ y 4).

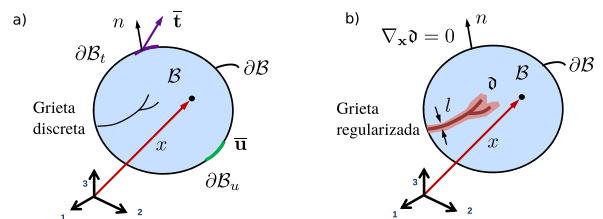


Figura 1: Esquema de la idealización de una grieta difusa en el enfoque variacional.

Tanto los modelos de zona cohesiva como el enfoque de *phase field* se consideran especialmente adecuados para estos modelos micromecánicos. La principal causa es que, estando físicamente bien fundamentados, permiten recoger el comportamiento asociado a la existencia de una zona de proceso delante de la grieta comparable con

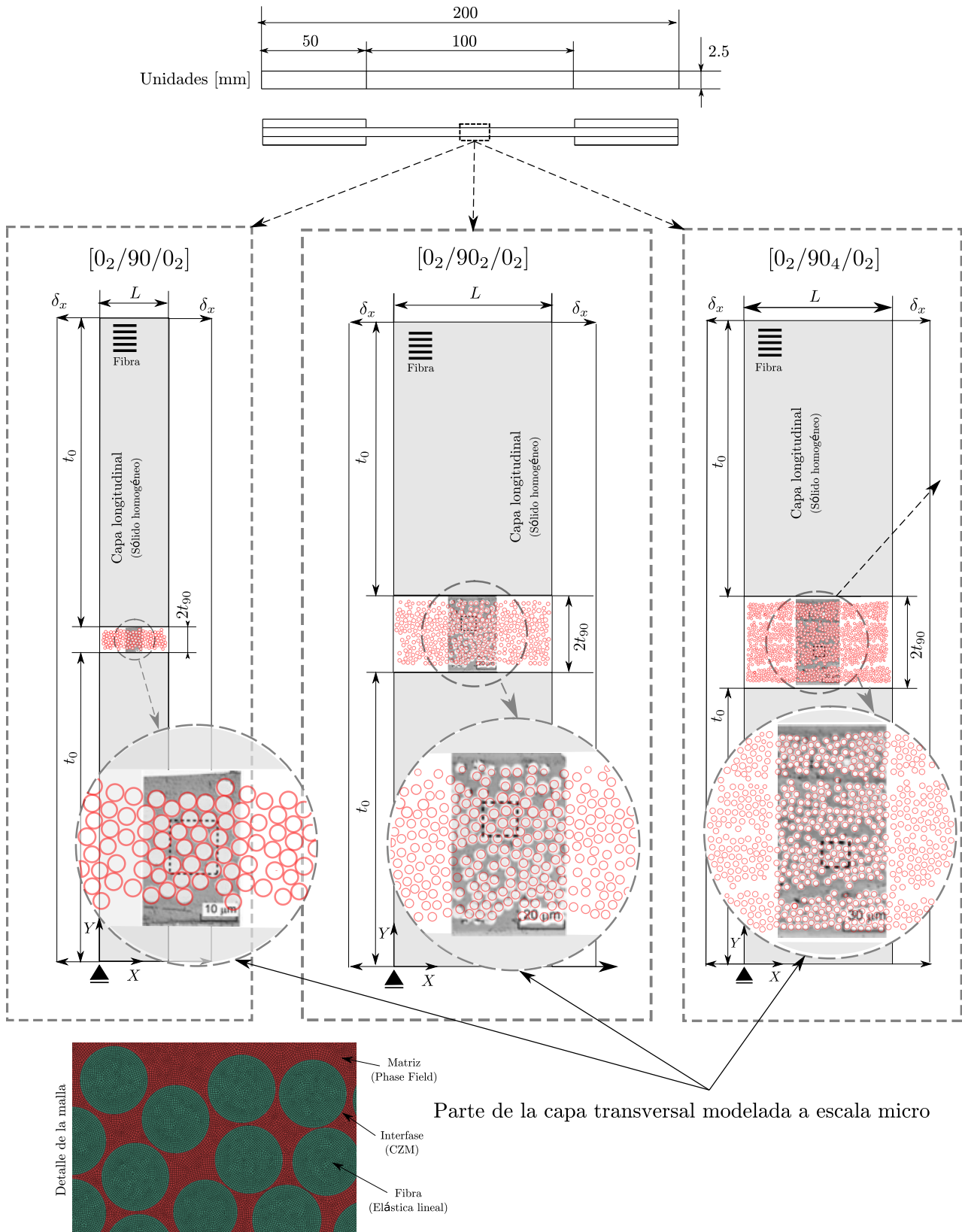


Figura 2: Esquema de los modelos computacionales desarrollados.

el tamaño de la grieta. Este hecho, casi inherente a la escala de estudio excepto para materiales extremadamente frágiles, desaconseja el empleo de la mecánica de la fractura elástico lineal.

Los valores de las propiedades utilizadas en el modelo se representan en la tabla 1.

Como se puede observar en la figura 2, los tres mode-

los se diferencian principalmente en el espesor de la capa transversal y corresponden a los tres tipos de laminados ensayados en [13]. Esto permitirá observar la influencia del espesor de la capa transversal sobre las diferentes etapas de la progresión del daño entre escalas.

3. RESULTADOS

En esta sección se presentan, a efecto ilustrativo, los resultados obtenidos para el modelo correspondiente al laminado con mayor espesor de la capa transversal. Un análisis más detallado y completo de todos los espesores puede encontrarse en [15]. Así, en la figura 3 se describen las diferentes etapas observadas en el proceso de transición del daño/grieta entre la escala micro y meso:

1. El primer evento de daño (paso 1) se corresponde con la aparición de despegues aislados entre la fibra y la matriz. La situación del primero de estos despegues viene determinado por la distribución aleatoria de las fibras, lo cuál genera que algunas interfaces estén ligeramente más cargadas por el entorno local de la propia fibra, ver [18] para una discusión en este sentido. A este efecto, que sí se recoge en el modelo, habría que añadir el efecto de la variación de las propiedades de resistencia y tenacidad de la interfaz, que no se recoge aquí, pero que tendría influencia en la situación de este primer despegue.
2. Puesto que es de esperar que haya otras fibras en una situación de carga muy similar a las del primer despegue, nuevos despegues aislados se suceden para un nivel de deformación muy cercano (pasos 2 y 3).
3. De forma paralela a la aparición de los sucesivos despegues aislados, se observa la aparición de daño y despegues en fibras cercanas a las fibras ya despegadas (pasos 3-5). A diferencia del paso anterior, este paso se puede considerar ya una suerte de propagación de daño. A escala micro estos despegues se pueden considerar grietas de interfase no conectas, pero a escala meso es un daño difuso. Este daño progresa de forma ligeramente estable en diferentes zonas del modelo.
4. Para un cierto nivel de deformaciones, empieza a aparecer una zona de proceso importante en la matriz cercana a los vértices de algunas grietas de interfases (paso 6).
5. Estas zonas de proceso finalmente dan lugar a la migración de la grieta de interfaz hacia la matriz (paso 7).
6. Estas grietas en la matriz conectan los diferentes despegues (paso 8) hasta llegar a formar una grieta transversal que abarca completamente el espesor de la capa transversal (paso 9).

Las etapas predichas por los modelos son coherentes con las observaciones experimentales que se pueden encontrar en la literatura, ver p.e. [13]. Los resultados además

muestran como, a una escala mesomecánica, se puede identificar un daño que crece de forma estable, como fue postulado por [4] como hipótesis de partida de su criterio.

4. EFECTO DE TAMAÑO

En esta sección se presentan las principales implicaciones del modelo presentado sobre el efecto de tamaño observado experimentalmente por [2], ver [15] para un análisis más detallado.

En la figura 4 se representa a qué nivel de deformación se dan las etapas claves del proceso descrito anteriormente, para los tres espesores ensayados en [13]. En primer lugar, se puede observar que el primer despegue aparece para un nivel de deformación muy similar para todos los espesores. Como se ha discutido anteriormente, esta etapa depende del entorno local de cada fibra, por lo que es esperable que sea así. Sin embargo, el siguiente paso, la primera migración de una grieta hacia la matriz sí presenta un gran contraste entre espesores. Finalmente, el último paso, la primera grieta transversal completa aparece para un nivel de deformación mayor cuánto menor es el espesor de la capa transversal.

En los resultados experimentales, ver p.e. [2, 3], el efecto de tamaño se observa cuando se compara la deformación crítica a la que aparece la primera grieta transversal para diferentes espesores. En ese sentido, es necesario identificar cuál de las etapas anteriores se asocia con la iniciación de una grieta. La gran mayoría de los experimentos presentes en la literatura se basan o bien en la detección de la iniciación mediante emisión acústica o en la observación directa. En base a esto, se identifica la iniciación de la grieta con la última etapa en la que la sucesiva conexión entre los despegues genera una grieta transversal, que además es esperable que provoque una emisión acústica detectable. La tendencia observada en la figura 4 coincide con la tendencia observada en los experimentos.

5. CONCLUSIONES

El presente trabajo muestra la versatilidad de la combinación de un enfoque varacional de la fractura (típicamente conocido como *phase field*) y los modelos cohesivos para modelar el comportamiento micromecánico de materiales compuestos.

Los resultados muestran la progresión del daño entre escalas, desde pequeños despegues en la interfaz fibra-matriz hasta una grieta transversal completa a una escala mayor. Si se fija el foco en la escala meso, este progreso se puede entender como la transición entre daño y fractura. Cabe destacar que se observa una gran diversidad en la estabilidad en las diferentes etapas de esta progresión entre escalas, lo cuál es muestra de la complejidad del proceso de transición entre daño y fractura.

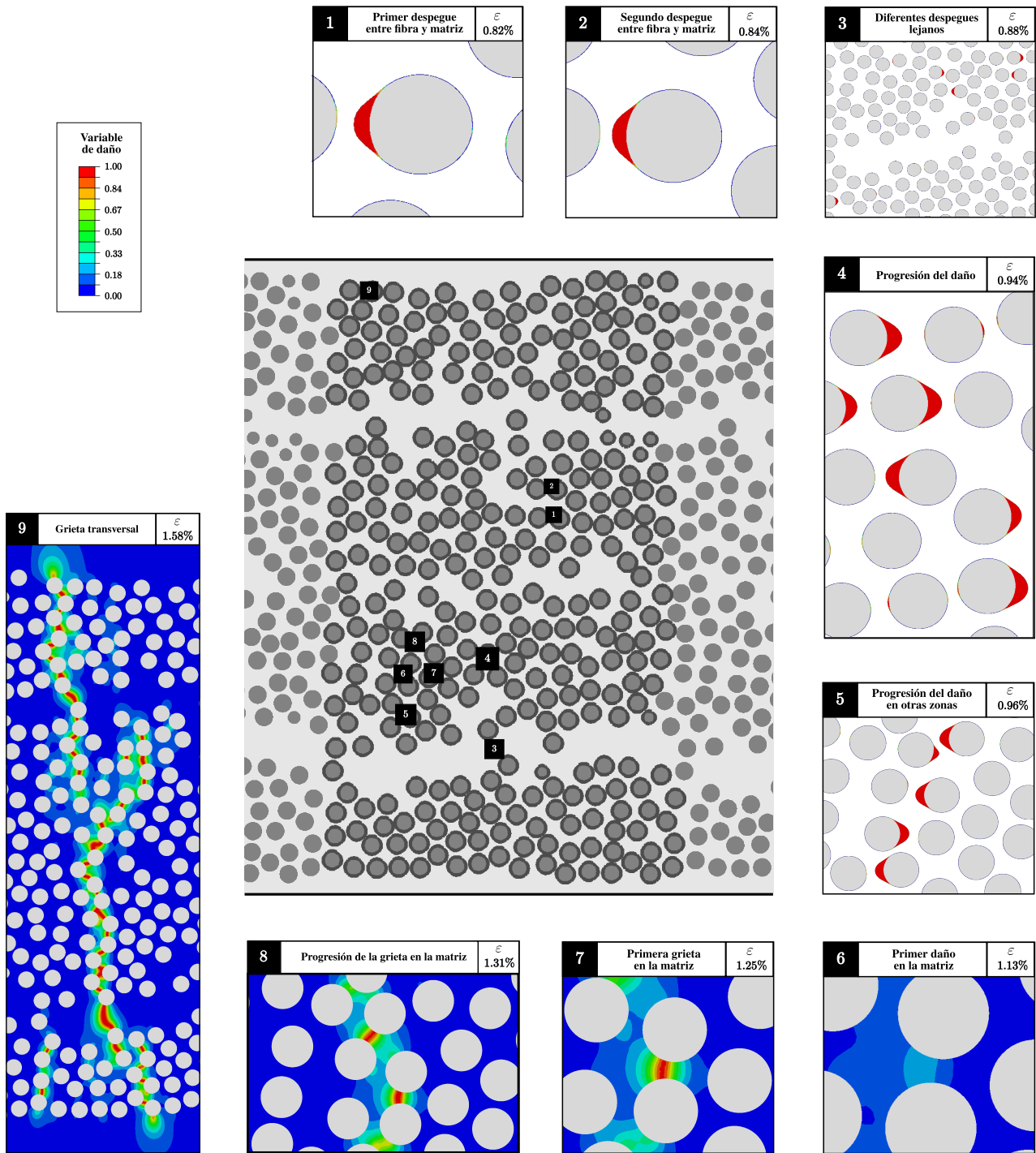


Figura 3: Resultados: Progresión del daño desde las primeras grietas en la interfaz fibra-matriz hasta que el daño abarca la totalidad del espesor de la capa transversal del laminado. El espesor corresponde al mayor de los espesores de los experimentos descritos en [13]

Finalmente, en cuanto al efecto de tamaño en laminados cruzados, se destaca que con un modelo micromecánico se detecta una tendencia en la que la deformación crítica a la que aparece la grieta transversal aumenta cuando se disminuye el espesor de la capa transversal, resultado que es compatible con lo observado en los experimentos.

AGRADECIMIENTOS

JR and IGG agradecen a la Consejería de Economía y Conocimiento de la Junta de Andalucía por su apoyo a través del Proyecto US-1265577 del Programa Operativo FEDER Andalucía 2014-2020. MP agradece el soporte financiero del Ministerio de Educación, Universidad e Investigación de Italia a través del Project of Re-

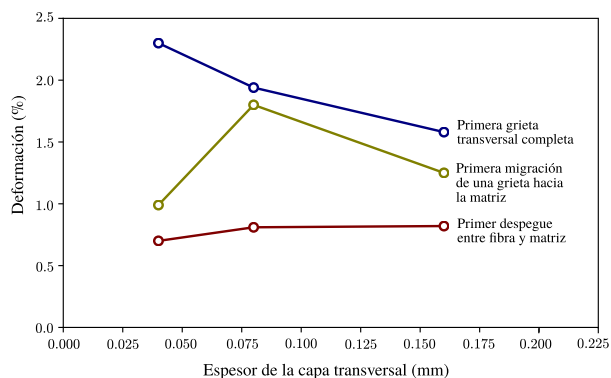


Figura 4: Resultados para los niveles de deformación a los que se ha observado cada uno de los pasos claves de la progresión del daño entre escalas.

levant National Interest 2017 «XFAST-SIMS: Extra fast and accurate simulation of complex structural systems» (Prot. 20173C478N). En algunas de estas simulaciones se emplearon las capacidades computacionales de CINECA, gracias al proyecto IsC77MIC090.

REFERENCIAS

- [1] J.M. Berthelot. Transverse cracking and delamination in cross-ply glass-fiber and carbon-fiber reinforced plastic laminates: Static and fatigue loading. *Applied Mechanics Reviews*, 56(1):111–147, 2003.
- [2] A Parvizi, KW Garrett, and JE Bailey. Constrained cracking in glass fibre-reinforced epoxy cross-ply laminates. *Journal of Materials Science*, 13(1):195–201, 1978.
- [3] I.G. García, J. Justo, A. Simon, and V. Mantič. Experimental study of the size effect on transverse cracking in cross-ply laminates and comparison with the main theoretical models. *Mechanics of Materials*, 128:24–37, 2019.
- [4] G. J. Dvorak and N. Laws. Mechanics of first ply failure in composite laminates. *American Society of Mechanical Engineers, Applied Mechanics Division*, 74:59–69, 1985.
- [5] G. J. Dvorak and N. Laws. Analysis of first ply failure in composite laminates. *Engineering Fracture Mechanics*, 25(5-6):763–770, 1986.
- [6] Zvi Hashin. Finite thermoelastic fracture criterion with application to laminate cracking analysis. *Journal of the Mechanics and Physics of Solids*, 44(7):1129–1145, 1996.
- [7] Dong Sheng Li and Michael R Wisnom. Evaluating weibull parameters for transverse cracking in cross-ply laminates. *Journal of composite materials*, 31(9):935–951, 1997.
- [8] D. Leguillon. Strength or toughness? A criterion for crack onset at a notch. *European Journal of Mechanics and Solids*, 21(1):61–72, 2002.
- [9] IG García, V Mantič, A Blázquez, and F París. Transverse crack onset and growth in cross-ply [0/90] s laminates under tension. application of a coupled stress and energy criterion. *International journal of Solids and Structures*, 51(23-24):3844–3856, 2014.
- [10] A Arteiro, G Catalanotti, AR Melro, P Linde, and PP Camanho. Micro-mechanical analysis of the effect of ply thickness on the transverse compressive strength of polymer composites. *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, 79:127–137, 2015.
- [11] Miguel Herráez, Diego Mora, Fernando Naya, Claudio S Lopes, Carlos González, and Javier LLorca. Transverse cracking of cross-ply laminates: A computational micromechanics perspective. *Composites Science and Technology*, 110:196–204, 2015.
- [12] F. París, M. L. Velasco, and E. Correa. Micromechanical study on the influence of scale effect in the first stage of damage in composites. *Composites Science and Technology*, 160:1–8, 2018.
- [13] Hiroshi Saito, Hiroki Takeuchi, and Isao Kimpara. Experimental evaluation of the damage growth restraining in 90 layer of thin-ply cfrp cross-ply laminates. *Advanced Composite Materials*, 21(1):57–66, 2012.
- [14] B Bourdin, G A Francfort, and J-J Marigo. Numerical experiments in revisited brittle fracture. *Journal of the Mechanics and Physics of Solids*, 48(4):797–826, 2000.
- [15] Carlos Sandino, Elena Correa, and Federico París. A study of the influence of a nearby fibre on the interface crack growth under transverse compression in composite materials. *Engineering Fracture Mechanics*, 193:1–16, 2018.
- [16] A Arteiro, G Catalanotti, AR Melro, P Linde, and Pedro P Camanho. Micro-mechanical analysis of the in situ effect in polymer composite laminates. *Composite Structures*, 116:827–840, 2014.
- [17] V Mantič. Interface crack onset at a circular cylindrical inclusion under a remote transverse tension. application of a coupled stress and energy criterion. *International journal of Solids and Structures*, 46(6):1287–1304, 2009.
- [18] T. Guillén-Hernández, I. G. García, J. Reinoso, and M. Paggi. A micromechanical analysis of inter-fiber failure in long reinforced composites based on the phase field approach of fracture combined with the cohesive zone model. *International Journal of Fracture*, 2019.

ESTUDIO DEL EFECTO ESCALA EN LAMINADOS [0,90n]s DE MATERIAL COMPUESTO

M.L. Velasco^{1*}, E. Correa¹, F. París¹

¹Grupo de Elasticidad y Resistencia de Materiales.
Escuela Técnica Superior de Ingeniería. Universidad de Sevilla.
Camino de los Descubrimientos s/n, 41092. Sevilla-España

* Persona de contacto: mvelasco7@us.es

RESUMEN

El efecto escala en materiales compuestos es conocido como el retraso en la aparición de daño en las láminas más débiles de un laminado (típicamente las láminas a 90 grados). Esta cuestión ha adquirido una enorme relevancia con la aparición de las láminas ultradelgadas, de hasta 20 micras de espesor, en la idea de que su uso puede retrasar la aparición del daño y en algunos casos el fallo de una lámina en un laminado de forma muy significativa. En el presente trabajo se estudian los diferentes mecanismos de daño que se producen en función del espesor en la capa de 90 grados en laminados [0,90n]s a través de modelos numéricos micro- (modelando despegues de fibra-matriz) y meso-mecánicos (modelando grietas transversales en la capa de 90 grados). La herramienta numérica empleada ha sido el Método de los Elementos de Contorno. Con estos modelos numéricos se concluye que el efecto escala no está relacionado con el nivel de representación (micro o meso) del daño, sino que es una cuestión sobre cómo realmente es el daño y cómo nuestro modelo es capaz de representarlo, definiendo dos formas de generación del daño (denominadas progresiva y explosiva) en las que únicamente intervienen conceptos energéticos de Mecánica de la Fractura. Las dos formas posibles de generación del daño (explosiva y progresiva) han sido contrastadas con resultados obtenidos de numerosas campañas experimentales llevadas a cabo con el fin de detectar la aparición del daño en la capa de 90 grados en laminados [0,90n]s, obteniendo una explicación físicamente basada del efecto escala en materiales compuestos.

PALABRAS CLAVE: Material Compuesto, Daño Transversal, MEC, Mecánica de la Fractura, Efecto Escala

ABSTRACT

The scale effect in composite materials is known as the delay in the appearance of damage in the weakest lamina of a laminate (typically lamina oriented at 90 degrees). The availability of ultra-thin plies, of up to 20 microns of thickness, has attracted the attention on this effect, as the use of these plies can imply the delay of the onset of damage at a laminate in a significant manner. In the present work the different damage mechanisms that occur as a function of the thickness in the 90 degree layer in laminates [0,90n]s are studied through micro- (modeling debonding between fibre and matrix) and meso-mechanical (modeling transverse cracks in the 90 degree layer) numerical models. The numerical tool used has been the Boundary Elements Method. With these numerical models, it is concluded that the scale effect is not related to the level of representation (micro or meso) of the damage, but it is a question about how the damage really is and how our model is capable of representing it, defining two ways of damage generation (called progressive and explosive) in which only energetic concepts of Fracture Mechanics are employed. The two possible ways of damage generation (explosive and progressive) have been supported by results obtained from numerous experimental programmes carried out in order to detect the appearance of the first damage in the 90 degree layer in laminates [0,90n]s, obtaining a physically based explanation of the scale effect in composite materials.

KEYWORDS: Composites, Transversal Damage, BEM, Fracture Mechanics, Scale Effect

1.- INTRODUCCIÓN

La dificultad para predecir el fallo en los materiales compuestos es muy alta debido a la falta de criterios con base física en los mecanismos de daño que aparecen en este tipo de materiales. Un fenómeno muy conocido y del que no existe constancia en ningún criterio de fallo debido a que no existe una explicación física para él, es el denominado efecto escala, el cual consiste en el retraso en la aparición del daño a medida que se

disminuye el espesor de las capas. Los primeros autores en detectarlo experimentalmente fueron Parvizi et al [1] y Flagg and Kural [2].

En este trabajo, se va a analizar el efecto escala en laminados [0,90n]s, es decir, cómo el espesor de la capa de 90 grados puede influir en el mecanismo de daño que aparece en dicha capa cuando el laminado es sometido a tracción uniaxial, intentando obtener una explicación física para este fenómeno. Para ello se ha empleado el

Método de los Elementos de Contorno y se han usado fundamentos de la Mecánica de la Fractura de Grietas de Interfase y Mecánica de la Fractura aplicando un balance global de energía desde un estado prístino del material. Se ha realizado en primer lugar un análisis micromecánico del mecanismo de daño (apartado 2), después se ha estudiado el mecanismo de daño a nivel mesomecánico (apartado 3), concluyendo que pueden existir dos enfoques posibles para definir el daño en la capa de 90 grados (apartado 4). Por otro lado, se muestran evidencias experimentales del daño en la capa de 90 grados (apartado 5) y se propone una explicación esquemática sobre el efecto escala (apartado 6).

2.- ANÁLISIS MICROMECAÍNICO DEL MECANISMO DE DAÑO

Para llevar a cabo el análisis micromecánico del daño que se produce en la capa de 90 grados de un laminado [0,90n]s se asumió que el mecanismo de daño se generaba de la siguiente forma secuencial mostrada en la figura 1: a) primero aparecen los despegues aislados, b) después, estos despeguen abandonan la interfase fibra matriz comenzando a penetrar en la matriz (etapa conocida como *kinking* de la grieta de interfase), c) por último, los despegues se conectan y dan lugar a la aparición de la grieta transversal.

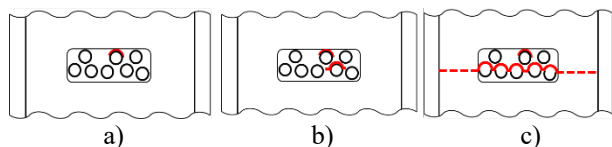


Figura 1. a) Aparecen despegues aislados. b) Se produce el kinking de la grieta de interfase. c) Se genera la grieta transversal.

En cada una de las fases del daño en la capa de 90 grados propuestas, se ha analizado la influencia del espesor.

2.1.- DESPEGUE FIBRA MATRIZ

Para estudiar este problema involucrando al laminado completo se ha generado un modelo multiescala, figura 2, donde se abarca el nivel mesomecánico (a nivel de lámina, formado por las láminas de 0 y 90 grados) y el nivel micromecánico (formado por una celda que representa la matriz y en cuyo interior se aloja una fibra), ver Velasco et al [3] para obtener detalles sobre el mismo. En este modelo se va a evaluar la energía liberada para diferentes longitudes de la grieta de despegue entre fibra y matriz, definida a través del parámetro θ_d , y a su vez para diferentes valores del espesor de la capa de 90 grados, definido a través del parámetro n . Las evoluciones energéticas se muestran en la figura 3 y se observa que no existen variaciones en ellas con el espesor de la capa de 90 grados, concluyendo que existe la misma probabilidad de encontrar despegues aislados en laminados con espesor de la capa de 90 grados grueso o delgado, París et al [4].

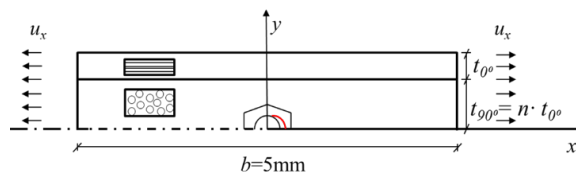


Figura 2.- Modelo BEM multiescala de un laminado [0,90n]s.

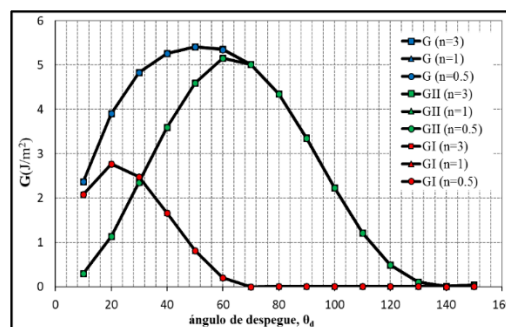


Figura 3.- Evolución de G con la extensión del despegue, θ_d , para distintos espesores, n , de la capa de 90 grados.

2.2.- KINKING DE LA GRIETA DE INTERFASE

Una vez que la grieta de interfase/despegue fibra-matriz se ha detenido, se dan las condiciones adecuadas para que la grieta abandone la interfase fibra-matriz y penetre en la matriz que rodea a la fibra. Esta cuestión ya fue estudiada ampliamente en un modelo de matriz infinita, París et al [5], y se trata ahora de analizar cómo el espesor de la capa de 90 grados puede afectar a la dirección de kinking (en la dirección de penetración de la grieta en la matriz de la capa de 90 grados). Para este efecto se va a usar el criterio de máxima tensión circunferencial $\sigma_{\theta\theta}$ en el entorno del fondo de la grieta de despegue para una distancia de $0.001r_f$, siendo r_f el radio de la fibra, analizando si $\sigma_{\theta\theta}$ se ve afectadas por el espesor de la capa de 90 grados. Estas tensiones se han calculado en el modelo multiescala anterior, figura 2, y las evoluciones obtenidas se muestran en la figura 4, donde se representa el valor de $\sigma_{\theta\theta}$ frente al valor de la posición cercana del fondo de la grieta en el cual se han evaluado las tensiones. Observando que las tensiones circunferenciales, y por lo tanto la dirección de kinking de la grieta de interfase, no se ven afectadas por el espesor de la capa de 90 grados, Velasco et al [6].

2.3.- PROGRESIÓN DE LA GRIETA A TRAVÉS DE LA MATRIZ EN LA CAPA DE 90 GRADOS

Una vez que la dirección de penetración del daño en la matriz ha sido determinada, el estudio de la progresión de este daño requiere de algunas modificaciones en el modelo multiescala inicial. Se ha desarrollado de nuevo un modelo multiescala, figura 5, pero ahora el nivel micromecánico está representado por una celda rectangular, dividida en dos para poder modelar la grieta de kinking progresando a través de la matriz, y en cuyo

interior existe una fibra en la cual ya se ha generado un despegue.

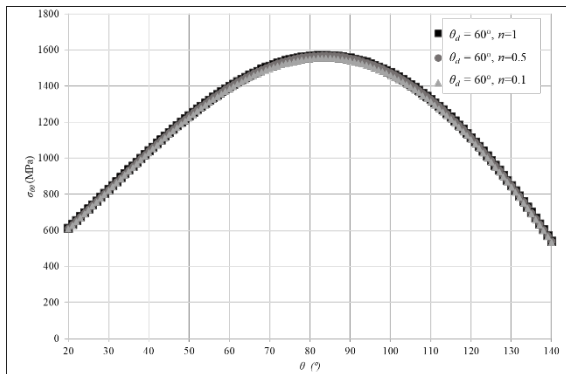


Figura 4.- Evolución de σ_{00} en el entorno del fondo de la grieta para diferentes espesores de la capa de 90 grados.

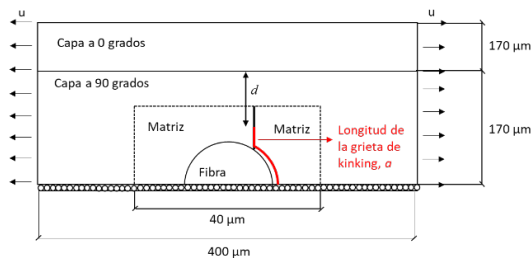


Figura 5.- Modelo BEM multiescala para estudiar la progresión de la grieta transversal en la capa de 90 grados a partir de un despegue fibra matriz.

En este caso se ha evaluado la energía liberada por el fondo de la grieta de kinking para diferentes longitudes de ésta (definida a través del parámetro α) y a su vez para diferentes espesores de la capa de 90 grados, mostrándose los resultados en la figura 6.

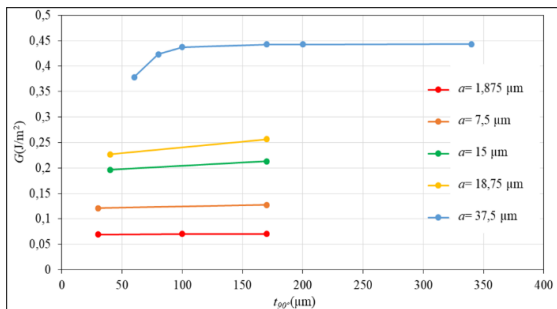


Figura 6.- Variación de G con el tamaño de la grieta de kinking y con el espesor de la capa de 90 grados.

Para pequeños valores del tamaño de la grieta de kinking no se aprecian variaciones de la energía con el espesor. Sin embargo, si nos vamos a valores del tamaño de la grieta de kinking más elevados, se observa una pequeña disminución de la energía liberada a medida que el espesor de la capa de 90 grados disminuye. Esta disminución de energía, que en principio podría asignarse a una posible manifestación del efecto escala, se debe a la presencia del denominado efecto Cook-Gordon y que se revela cuando tenemos una grieta acercándose a una interfase de mayor rigidez.

Por ello se concluye que la progresión de la grieta de kinking tampoco se ve afectada por el espesor de la capa de 90 grados, Velasco et al [6].

3.- ANÁLISIS MESOMECÁNICO DEL MECANISMO DE DAÑO

Un análisis mesomecánico del daño, es decir, un análisis al nivel de láminas, en este caso únicamente incluye el estudio de la aparición de la grieta transversal en la capa de 90 grados, ya que no puede incluir otro tipo de daño debido a que no se modelan las fibras y la matriz. Para llevar a cabo dicho análisis, se ha empleado el modelo meso representado en la figura 7.

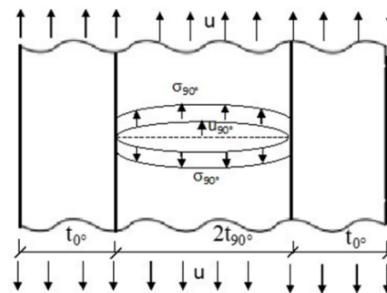


Figura 7.- Modelo BEM meso de un laminado $[0,90]_n/s$.

Para ver si la aparición de la grieta transversal se ve afectada por el espesor de la capa de 90 grados, se ha evaluado el trabajo liberado en la creación de dicha grieta disponiendo de las tensiones que tiene la capa de 90 grados antes de que se produzca el daño, con los desplazamientos que se generan cuando se aparece dicho daño. Se ha aplicado el balance energético de la Mecánica de la Fractura, definido en la expresión (1), para obtener las curvas de γ (tenacidad a fractura del material) para diferentes valores de la deformación y para diferentes espesores de la capa de 90 grados y éstas se muestran en la figura 8. En esta figura se observa que para un material dado (es decir, para un valor concreto de la tenacidad a fractura, γ) la deformación necesaria para que se genere una grieta transversal aumenta a medida que se disminuye el espesor de la capa de 90 grados.

$$\sigma \int_0^{t_{90}} u ds = 2\gamma t_{90} \quad (1)$$

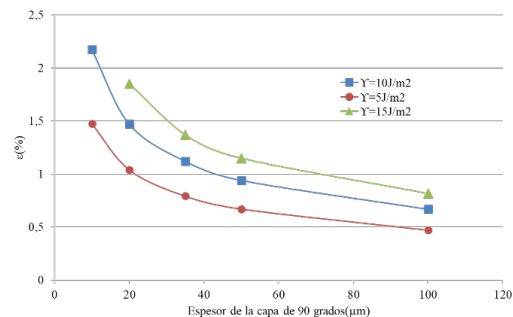


Figura 8.- Deformación requerida para que se genere una grieta transversal en función del espesor de la capa de 90 grados para diferentes materiales (diferentes valores de γ).

Claramente en el análisis mesomecánico del daño se identifica la presencia del fenómeno bajo estudio, el efecto escala, París et al [7].

4.- DISCUSIÓN: DOS ENFOQUES PARA DEFINIR EL DAÑO

En el apartado 2, se han analizado las diferentes fases del daño a nivel micromecánico sin encontrar ninguna traza del efecto escala. Sin embargo, en el apartado 3, se ha analizado el daño a nivel mesomecánico, obteniendo la manifestación del efecto escala. La presencia de dicho fenómeno en el análisis mesomecánico, hace que se reflexione sobre el hecho de que su presencia no es una cuestión sobre el nivel de análisis del daño, sino que se trata de cómo es verdaderamente el daño y como el modelo realizado lo representa.

En el primer caso, se ha estudiado la generación del daño de forma progresiva (primero, los despegues; después, el kinking de la grieta de interfase; por último, la progresión de la grieta a través de la matriz) y en el segundo caso, se ha estudiado la generación del daño de forma explosiva (la directa aparición de una grieta transversal en la capa de 90 grados). Por lo que se trata de dos mecanismos de daño potenciales que se pueden producir en el material, la cuestión ahora es analizar por qué sucede un mecanismo y no el otro.

Para analizar la razón por la que se produce un mecanismo y no el otro, se ha empleado el modelo multiescala previo (apartado 1) donde se estudiaba el despegue entre la fibra y la matriz (concretamente, en este caso para un despegue de 60 grados) y se han planteado sobre él los dos mecanismos de daño posible, los cuales se esquematizan en la figura 9. En el caso del mecanismo de daño explosivo, la aparición del despegue aparecería de forma instantánea, es decir, se pasaría de tener la interfase fibra-matriz intacta a la aparición del despegue de forma directa; en el caso del mecanismo de daño progresivo el daño comenzaría por un pequeño despegue (por ejemplo, con una longitud de 10 grados) y éste crecería poco a poco hasta alcanzar la longitud total del despegue (60 grados en este caso bajo estudio).

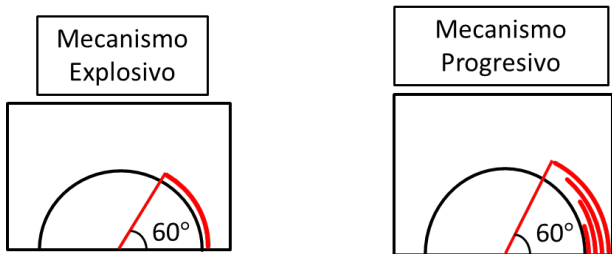


Figura 9.- Representación esquemática de los dos mecanismos de daño definidos (explosivo y progresivo, respectivamente).

4.1- MECANISMO DE DAÑO EXPLOSIVO

Para evaluar el trabajo en el caso de que el despegue entre la fibra y la matriz se genere de forma explosiva se

han empleado las tensiones que tiene la interfase cuando está intacta (antes de que se genere el daño), representadas en la figura 10, y los desplazamientos que se producen en la apertura instantánea del despegue, mostrados en la figura 11. El valor del trabajo en cada caso es calculado a partir de las expresiones (2) y (3) y los resultados obtenidos se recogen en la tabla 1.

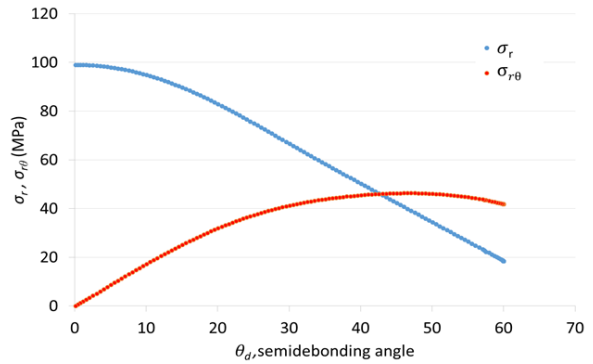


Figura 10.- Valores de σ_r y $\sigma_{r\theta}$ en el estado pristino de la interfase a lo largo de un ángulo de despegue de 60 grados.

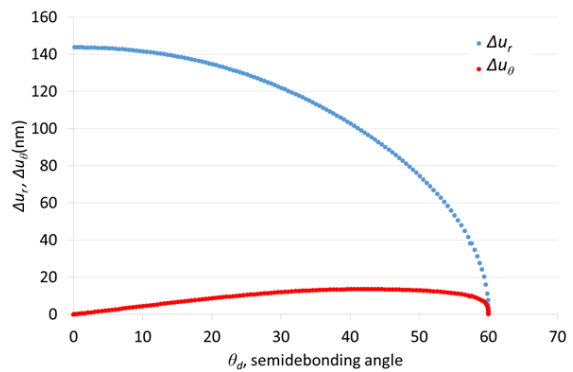


Figura 11.- Valores de Δu_r y Δu_θ correspondientes a un valor del ángulo de despegue de 60 grados.

$$W_{II}^{exp} = \frac{1}{2} \int_0^{\theta_d} \sigma_{r\theta} \cdot \Delta u_\theta \, d\theta \tag{2}$$

$$W_I^{exp} = \frac{1}{2} \int_0^{\theta_d} \sigma_r \cdot \Delta u_r \, d\theta \tag{3}$$

Tabla 1. Valores de W_I^{exp} , W_{II}^{exp} y W^{exp} para un ángulo de despegue de 60 grados asociado al mecanismo explosivo.

Mecanismo Explosivo	$\theta_d = 60^\circ$
$W_I^{exp} (10^{-3} \text{ J/m})$	0,062540
$W_{II}^{exp} (10^{-3} \text{ J/m})$	0,002922
$W^{exp} (10^{-3} \text{ J/m})$	0,065462

4.2- MECANISMO DE DAÑO PROGRESIVO

En el caso de que la aparición del daño se genere de forma progresiva, para evaluar el trabajo liberado se ha calculado el área bajo las curvas energéticas de la figura

12 (las curvas de G , G_I y G_{II} involucradas en la generación de un despegue) hasta un ángulo de despegue de 60 grados. Los resultados de estos trabajos se muestran en la Tabla 2

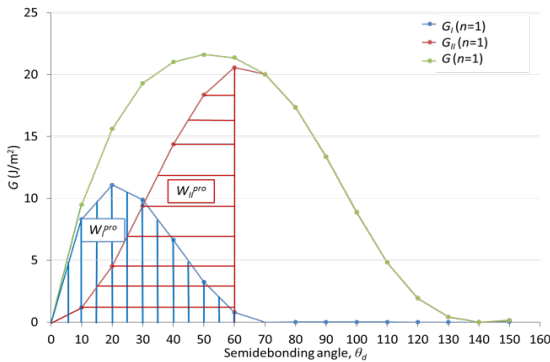


Figura 12.- Evolución de G y sus componentes G_I y G_{II} asociados con W_I^{pro} y W_{II}^{pro} para el caso de un ángulo de despegue en el caso del mecanismo de daño explosivo.

Tabla 1. Valores de W_I^{pro} , W_{II}^{pro} y W^{pro} para un ángulo de despegue de 60 grados asociado al mecanismo progresivo.

Mecanismo Progresivo	$\theta_d = 60^\circ$
W_I^{pro} (10^{-3} J/m)	0,026644
W_{II}^{pro} (10^{-3} J/m)	0,038086
W^{pro} (10^{-3} J/m)	0,064730

4.3- COMPARACIÓN ENTRE LOS DOS MECANISMOS DE DAÑO PROPUESTOS

Una vez que se han evaluado los trabajos liberados a través de los dos mecanismos de daño propuestos (progresivo y explosivo) es el momento de analizar qué es lo que sucede y por qué un mecanismo de daño puede ser dominante frente a otro.

Si nos fijamos en las tablas 1 y 2, se observa que en ambos mecanismos la cantidad total de trabajo, W , es el mismo, como correspondería desde un punto de vista de la Mecánica de la Fractura Elástica Lineal. Sin embargo, el mecanismo explosivo de daño está claramente dominado por el modo I, mientras que el mecanismo de daño progresivo está dominado por el modo II y también está presente el modo I.

Por lo tanto, alcanzar una situación de daño similar siguiendo los dos mecanismos de daño propuesto, no conducen (en el caso del daño considerado) a situaciones equivalentes desde un punto de vista energético. Un mecanismo de daño prevalece sobre otro, debido a la implicación de los modos de fallo y esto es lo que puede estar detrás del efecto escala, es decir, esto puede hacer que un mecanismo de daño sea

predominante frente a otro en función del espesor de la capa de 90 grados, París et al [7].

5.- ESTUDIO EXPERIMENTAL DE LA APARICIÓN DEL DAÑO EN LA CAPA DE 90 GRADOS EN LAMINADOS [0,90n]s

Para contrastar los resultados de los modelos numéricos se han fabricado probetas de laminados [0,90n]s y se han sometido a tracción uniaxial hasta detectar la aparición del primer daño en la capa de 90 grados. Se han empleado espesores de la capa de 90 grados desde 0.020 mm hasta 3.4 mm. El daño observado en cada caso tenía diferente morfología: para espesores muy delgados de la capa de 90 grados se han observado despegues desconectados, como se muestra en la figura 13, y para espesores de la capa de 90 grados muy gruesos se han detectado grietas transversales con extensas delaminaciones, figure 14.

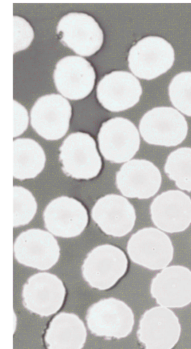


Figura 13.- Despegues desconectados que se han detectado para un espesor de la capa de 90 grados delgado

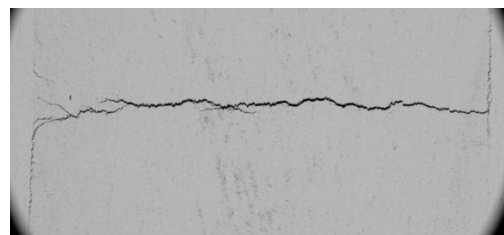


Figura 14.- Grieta transversal con extensa delaminación que se ha observado para un espesor de la capa de 90 grados gruesa

De los resultados experimentales puede deducirse que existen diferentes mecanismos de daño en función del espesor de la capa de 90 grados, siendo esto una clara manifestación experimental del efecto escala.

6.- UNA EXPLICACIÓN ESQUEMÁTICA DEL EFECTO ESCALA

En los estudios numéricos llevados a cabo en este trabajo se ha concluido que pueden existir dos mecanismos de daño, denominados *explosivo* (el cual consistiría en la aparición directa de una grieta transversal y en el que el efecto escala está claramente identificado) y *progresivo* (el cual consistiría en la

aparición de un despegue fibra y matriz, que después penetraría en la matriz y por último, daría lugar a la creación de la grieta transversal, y en el que el espesor de la capa de 90 grados no tiene influencia). Por otro lado, en los estudios experimentales también se ha detectado la presencia de estos dos mecanismos de daño diferentes.

En la figura 15 se muestra una representación esquemática de una posible explicación del efecto escala en materiales compuestos. En ella se ha representado en el eje vertical la deformación y en el horizontal el espesor de la capa de 90 grados. La curva EFGH representaría el valor de la deformación a la cual aparece la grieta transversal en el material (similar a las representadas en la figura 8) y la franja ABCD, representaría el valor de la deformación a la cual aparecen los despegues aislados.

Con respecto al espesor de la capa de 90 grados, dos evoluciones extremas posibles de daño van a ser mostradas (aunque obviamente, situaciones intermedias también son posibles):

- Espesor de la capa de 90 grados muy grueso, denotado en la figura 15 como I. Nada más comenzar a aplicar una deformación, rápidamente alcanzamos la curva EFGH (punto J) y el material tiene según la MFEL energía suficiente para romper los enlaces del material, aunque como no existe ningún daño previo (requisito indispensable de la MFEL) la grieta transversal no se produce. Si seguimos aumentando la deformación, alcanzamos la franja ABCD (punto K) y ya existe en el material la energía suficiente (asociada a Y_T) para que se genere un despegue, que provocará la aparición de la grieta transversal completa en el espesor de la capa de 90 grados.
- Espesor de la capa de 90 grados muy delgado, denotado en la figura 15 como L. Obviamente es imposible alcanzar la curva EFGH sin pasar por la franja ABCD, por lo tanto, al incrementar la deformación, se alcanza dicha franja (punto M) y los despegues aparecen. Si seguimos aumentando la deformación y paramos en un punto arbitrario (punto M), se observa un daño más avanzado que el encontrado inicialmente y puede que al seguir incrementando la deformación se nos produzca la rotura del laminado (punto P) debido a la rotura de las fibras de la capa de 0 grados sin haber sido capaces de observar una grieta transversal en la capa de 90 grados.

A grandes rasgos, que se produzca una situación u otra dependerá del material y del espesor de la capa de 90 grados. Esta podría ser una posible explicación físicamente basada del efecto escala en materiales compuestos.

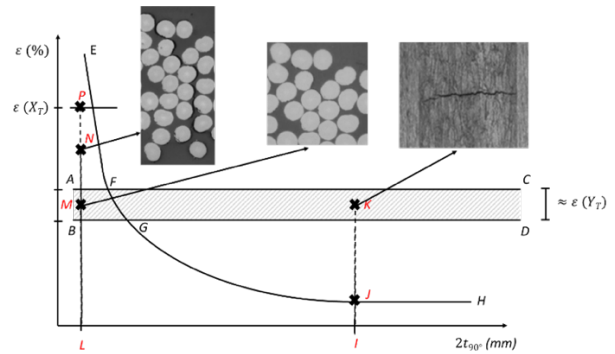


Figura 15.- Representación esquemática de una posible explicación del efecto escala en laminados $[0,90n]_s$, París et al [7].

7.- CONCLUSIONES

Se ha obtenido una explicación físicamente basada del efecto escala, sin necesidad de hacer uso de parámetros de ajuste, solo conceptos de la Mecánica de la Fractura y de la Mecánica de la Fractura de Grietas de Interfase han sido empleados junto con las evidencias experimentales obtenidas de los ensayos.

REFERENCIAS

- [1] A. Parvizi, K.V. Garret, J.E. Bailey, Constrained cracking in glass fibre-reinforced epoxy cross-ply laminates, *J Mat Sci* (1978) 13:195-201.
- [2] D.L. Flaggs, M.H. Kural, Experimental determination of the in situ strength in graphite/epoxy laminates, *J Com Mat* (1982) 16:103-116.
- [3] M.L. Velasco, E. Graciani, L. Távora, E. Correa, F. París, BEM multiscale modelling involving micromechanical damage in fibrous composites. *Eng Anal Boun. Elem* (2018) 93:1-9.
- [4] F. París, M.L. Velasco y E. Correa, Micromechanical study on the influence of scale effect in the first stage of damage in composites, *Comp Sci Tech* (2018) 160: 1-8.
- [5] F. París, E. Correa, V. Mantič, Kinking of Transversal Interface Cracks Between Fiber and Matrix, *J. Appl. Mech.* (2007) 74: 703–716.
- [6] M.L. Velasco, F. París, E. Correa, Numerical study of the progression of the micromechanical debonding damage in composites, *Key Eng Mat* (2018) 774:644-649.
- [7] F. París, M.L.Velasco, E. Correa, The scale effect in composites: An explanation physically based on the different mechanisms of damage involved in failure, *Com. Struc* (2021) 257:113089.

ESTUDIO PARAMÉTRICO DEL MODELO DE ZONA COHESIVA DISPONIBLE EN EL CÓDIGO DE ELEMENTOS FINITOS ABAQUS. APLICACIÓN A LAMINADOS CFRP

José Vicente Calvo¹, Norberto Feito², María Henar Miguélez¹, Eugenio Giner²

¹ Departamento de Ingeniería Mecánica
Universidad Carlos III de Madrid
Avda. Universidad 30, 28911 Leganés-España

² Instituto de Ingeniería Mecánica y Biomecánica-I2MB
Departamento de Ingeniería Mecánica y de Materiales
Universitat Politècnica de València
Camino de Vera s/n, 46022 Valencia-España

RESUMEN

Los materiales compuestos laminados son altamente susceptibles al daño por delaminación, siendo uno de los mecanismos de fallo más importante en este tipo de materiales. En este trabajo se lleva a cabo un estudio paramétrico de uno de los métodos numéricos más comúnmente utilizados para implementar este tipo de fractura: el modelado mediante elementos cohesivos y su aplicación a materiales poliméricos reforzados con fibra de carbono (CFRPs). Para ello, se han realizado ensayos *Double Cantilever Beam* (DCB) sobre un laminado CFRP de 4 láminas unidireccionales orientadas a 0°. A partir de estos ensayos, se ha estimado la energía de delaminación en Modo-I del material, necesaria en la implementación de este tipo de elementos. Asimismo, los resultados experimentales se han empleado para validar los modelos de DCB, tanto en 2D como 3D, y evaluar la influencia de distintos parámetros que intervienen en la implementación de los elementos cohesivos disponibles en el software comercial ABAQUS.

PALABRAS CLAVE: Elemento cohesivo, delaminación, CFRP, elementos finitos, Abaqus, DCB.

ABSTRACT

Composite laminates materials such as Carbon Fiber Reinforced Polymers (CFRPs) are highly susceptible to delamination damage, being one of the most important failure mechanisms in this type of materials. In this work a parametric study of one of the most used numerical methods to simulate this type of fracture is carried out: the cohesive element modeling. Double Cantilever Beam (DCB) tests have been carried out on a CFRP laminate of 4 unidirectional plies oriented at 0°. From these tests, the energy release rate in Mode-I has been estimated. This parameter is required for the implementation of this type of elements. Likewise, the experimental results have been used to validate the DCB models (both in 2D and 3D) and evaluate the influence of different parameters that take part in the cohesive elements implementation available in the commercial code ABAQUS.

KEYWORDS: Cohesive element, delamination, CFRP, finite element method, Abaqus, DCB.

1. INTRODUCCIÓN

El uso de materiales compuestos está muy extendido en la industria aeroespacial debido a su alta resistencia y rigidez, así como su resistencia química y resistencia a la corrosión. Estos materiales presentan múltiples modos de fallo. Los tipos de fallos más comunes en materiales compuestos son el fallo de la matriz o la fibra a tracción/compresión, el fallo interlaminar, el fallo intralaminar, el agrietamiento de la matriz y la separación de fibra/matriz [1,2]. El fallo interlaminar, como es la

delaminación, es una causa de fallo progresivo muy crítica en laminados compuestos ya que suponen la separación de las diferentes láminas [3], con una pérdida drástica de su rigidez y funcionalidad. Uno de los métodos más extendidos en la literatura para simular este fallo es el Método de Zona Cohesiva (CZM), que permite estudiar la progresión del daño interlaminar [4-8].

En este estudio, se ha ensayado y modelado probetas para ensayos de tipo *Double Cantilever Beam* (DCB). Se ha empleado modelos con elementos cohesivos tanto en 2D

como 3D para simular la delaminación de la interfase en ABAQUS mediante elementos finitos. En la literatura, para el análisis de delaminación, se emplea frecuentemente planteamientos con formulación explícita debido a que tienen una mejor convergencia. Sin embargo, por su mayor precisión, este trabajo se ha limitado a un planteamiento con formulación implícita para analizar la influencia de los diferentes parámetros que afectan a la convergencia de la solución según la implementación disponible en el código comercial ABAQUS. Para la verificación de estos resultados, se ha realizado una serie de ensayos DCB para obtener resultados experimentales. De estos ensayos se ha obtenido la energía crítica de fractura en el modo I de apertura (G_{IC}). Sin embargo, hay más parámetros como son la rigidez o la tensión máxima de los elementos, que influyen en la iniciación y propagación del daño. Para obtener una alta fidelidad del modelo y predecir correctamente el inicio y crecimiento de la delaminación es necesario seleccionar cuidadosamente estos parámetros. En este estudio se ha investigado el comportamiento de los modelos al realizar cambios en estos parámetros según las opciones disponibles en el código de EF ABAQUS.

2. ENSAYO DOUBLE CANTILEVER BEAM

El ensayo DCB permite determinar la tenacidad a fractura interlaminar en modo I, G_{IC} . La norma que se ha seguido para la realización de los ensayos es la ASTM D5528-01 [9]. Las probetas utilizadas en el ensayo están formadas por cuatro láminas unidireccionales de fibra de carbono preimpregnadas con matriz epoxi. Las dimensiones de las probetas son 250x25x2.4mm, a las que se les ha introducido un inserto de teflón de 60mm para generar una grieta inicial entre las dos laminas centrales. Se emplearon unas bisagras para aplicar la carga a 30mm del extremo con el teflón.

Para la realización de los ensayos se ha utilizado dos máquinas diferentes. Para las primeras tres probetas se ha empleado la máquina hidráulica INSTRON 8801 con una célula de carga de 100kN. Debido a la alta capacidad de carga de esta máquina, muy por encima de la carga necesaria para los ensayos DCB, se optó por cambiar de máquina para las tres probetas siguientes a la electromecánica MTS C42.503 de 5kN nominales de forma que aportase más sensibilidad para el ensayo.

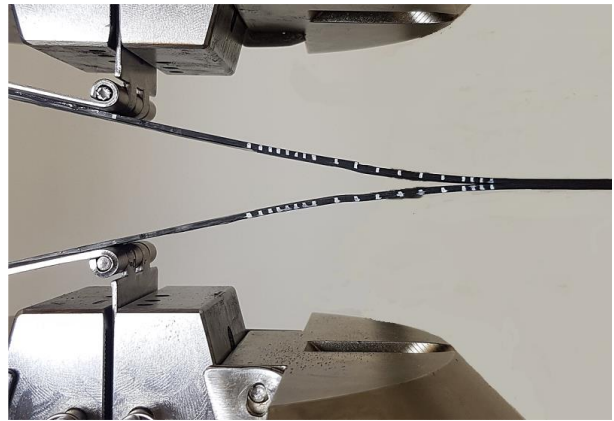


Figura 1. Ensayo DCB.

Aplicando la norma a los resultados se obtiene diferentes valores para G_{IC} por los diferentes métodos como son *Beam Theory (BT)*, *Modified Beam Theory (MBT)*, *Compliance Calibration (CC)* y *Modified Compliance Calibration (MCC)*. Los resultados obtenidos se han promediado, obteniendo el valor de $G_{IC} = 0.361\text{N/mm}$.

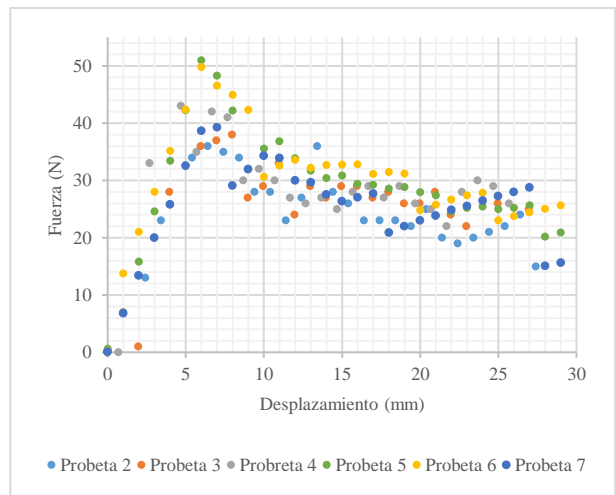


Figura 2. Resultados experimentales.

3. MODELO NUMÉRICO

Se han desarrollado dos modelos diferentes en el software ABAQUS v.6.12. El primero consiste en un modelo 2D, con elementos tipo *shell*. El segundo es un modelo 3D, con elementos tipo *solid*. En ambos modelos se ha recreado la geometría de las probetas como se muestra en la figura 3. Se ha tomado 0.001mm como espesor para los elementos cohesivos.

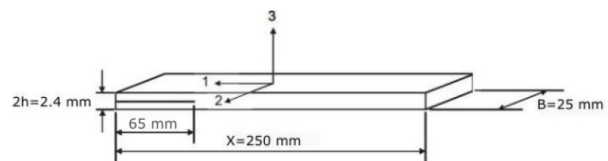


Figura 3. Dimensiones del modelo numérico.

Para el mallado, se ha realizado una malla más fina en la zona de la grieta donde se producirá la delaminación y elementos más grandes en las zonas más alejadas, siendo el tamaño del mallado más fino de 0.1mm en el modelo 2D y 0.5mm en el 3D. Se ha empleado elementos CPS4R (2D) y C3D8R (3D) para las láminas. Para los elementos cohesivos se ha utilizado elementos COH2D4 (2D) y COH3D8 (3D). Para las condiciones de contorno y desplazamientos aplicados se ha simulado las condiciones del ensayo.

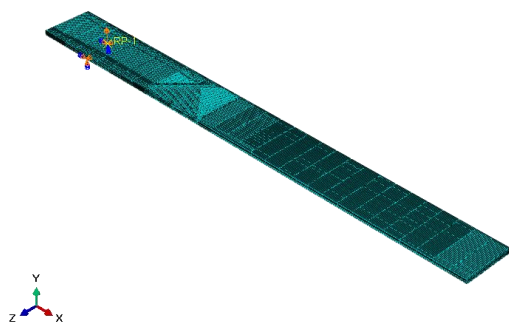


Figura 4. Modelo 3D.

Las propiedades de las láminas son las que aparecen en la tabla 1. Para las propiedades de los elementos cohesivos se ha aplicado una ley bilineal de tracción-desplazamiento usando el valor obtenido de los ensayos para la energía de delaminación en modo I. El resto de los parámetros de los elementos cohesivos disponibles en ABAQUS han sido sujetos a estudio y se profundizará en ellos en el siguiente apartado.

Tabla 1. Propiedades de las láminas.

E_{11} (MPa)	140 000
$E_{22} = E_{33}$ (MPa)	7 900
$G_{12} = G_{13}$ (MPa)	4 900
G_{23} (MPa)	3 038
$\nu_{12} = \nu_{13}$	0.3
ν_{23}	0.49

4. ESTUDIO PARAMÉTRICO

En esta sección se analiza la influencia de diferentes parámetros de la zona cohesiva en los modelos numéricos desarrollados en ABAQUS.

4.1. Rigidez interfacial

Este parámetro define el comportamiento de los elementos previos al daño. Se puede encontrar diferentes pautas para obtener este valor en la literatura [10]. El valor de la rigidez debe ser lo suficientemente alto como para evitar introducir elasticidad ficticia, pero lo

suficientemente bajo para evitar problemas numéricos. Se puede estimar de la siguiente manera:

$$K \geq \alpha \cdot E_3/t \tag{1}$$

donde α debe ser un parámetro mayor que 1, E_3 es el módulo elástico en la dirección transversal en la dirección del espesor y t es la mitad del espesor del laminado. Estimando α como 50 como se recomienda en la literatura [11] se obtiene un valor estimado de $3 \cdot 10^5 \text{N/mm}^3$. Del estudio paramétrico se observa que para ambos casos (2D y 3D) que, aunque se introduzcan valores de un orden de magnitud por encima o por debajo, no se aprecia grandes diferencias en los resultados hasta que se incrementa más esa variación, siendo algo más notoria esta diferencia en el modelo 3D.

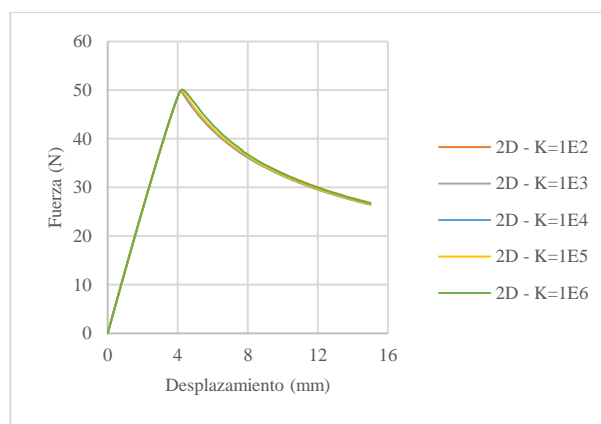


Figura 5. Modelo 2D: Rigidez interfacial.

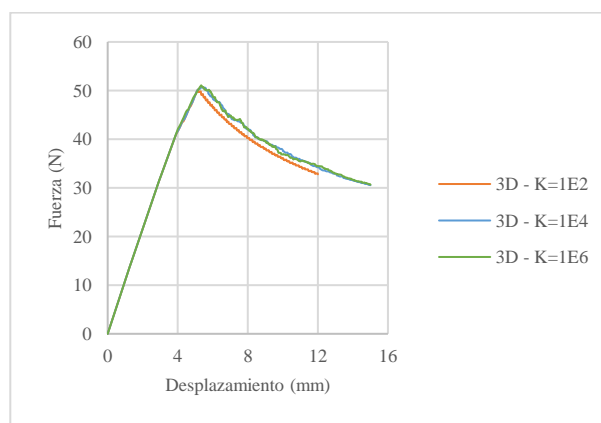


Figura 6. Modelo 3D: Rigidez interfacial.

4.2. Tensión máxima en modo I

El parámetro de la tensión máxima en modo I se incluye dentro del criterio de inicio de daño. Hay diferentes criterios para calcular el inicio del daño, como el de máxima deformación nominal (MAXE), el cuadrático de deformación nominal (QUADE), el de máxima tensión nominal (MAXS) y el cuadrático de tensión nominal (QUADS). El elegido en este caso ha sido QUADS, donde el daño se inicia cuando la relación cuadrática de ratios de tensión respecto a su límite alcanza la unidad:

$$\left\{ \frac{\langle \sigma_n \rangle}{\sigma_n^o} \right\}^2 + \left\{ \frac{\sigma_s}{\sigma_s^o} \right\}^2 + \left\{ \frac{\sigma_t}{\sigma_t^o} \right\}^2 = 1 \quad (2)$$

En la literatura [6,11,12], la tensión máxima en modo I ($\sigma_{I,max}$) se relaciona con la longitud de la zona cohesiva (l_{cz}) y el número de elementos en la zona cohesiva (N_e). Se proponen diferentes expresiones en la literatura, en este estudio se emplea la ecuación 3:

$$l_{czI} = M \cdot E_2 \cdot \frac{G_{IC}}{\sigma_{I,max}^2} \quad (3)$$

$$N_e = \frac{l_{cz}}{l_e} \quad (4)$$

Siendo M un parámetro que se puede estimar como 1 por el modelo de Hillerborg [13], E_2 es el módulo elástico en la dirección transversal en la dirección del ancho y l_e la longitud de los elementos en la dirección de la propagación de la grieta. El valor de la tensión máxima $\sigma_{I,max}$ se puede estimar en 20MPa. La respuesta para la variación paramétrica de este valor se presenta en las figuras 7 y 8. Los resultados obtenidos con los diferentes modelos se debe a que se ha empleado diferentes tamaños de malla para los elementos cohesivos, que al ser mayores en el caso 3D lo hace más sensible a variaciones de este parámetro.

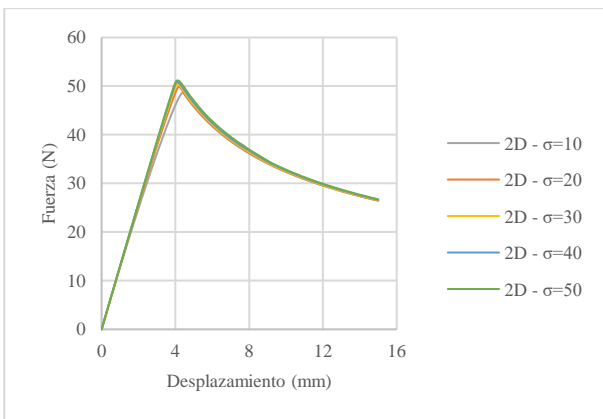


Figura 7. Modelo 2D: Tensión máxima en modo I.

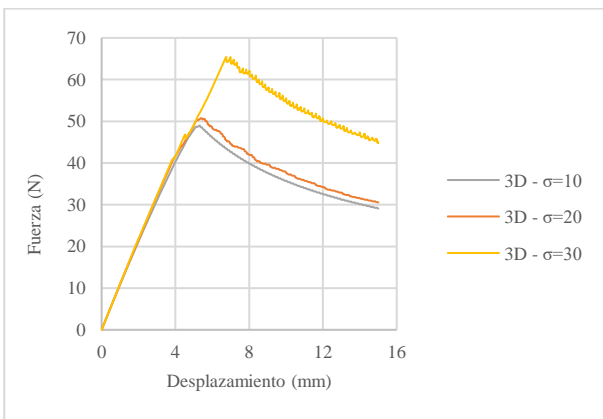


Figura 8. Modelo 3D: Tensión máxima en modo I.

4.3. Regularización viscosa

Debido a los problemas de convergencia que pueden aparecer empleando ABAQUS/Standard (planteamiento implícito), se puede aplicar un coeficiente de regularización viscosa que ayude a la convergencia con los elementos cohesivos. En el manual se recomienda mantener este valor por debajo del valor de los incrementos de tiempo y controlar la energía asociada a esta estabilización viscosa (ALLCD). El valor elegido para este estudio es de $\eta=10^{-5}$, para incrementos de tiempo máximos de en torno a 10^{-3} . Se observa la influencia de este parámetro en las figuras 9 y 10, donde se puede ver que para ambos modelos cuando el valor de la disipación iguala al del incremento de tiempo la solución empieza a divergir.

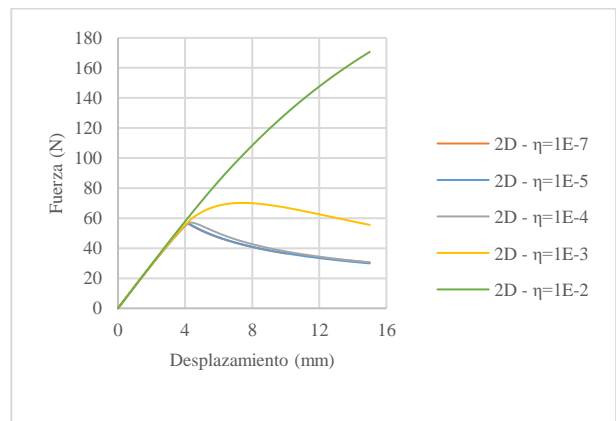


Figura 9. Modelo 2D: Regularización viscosa.

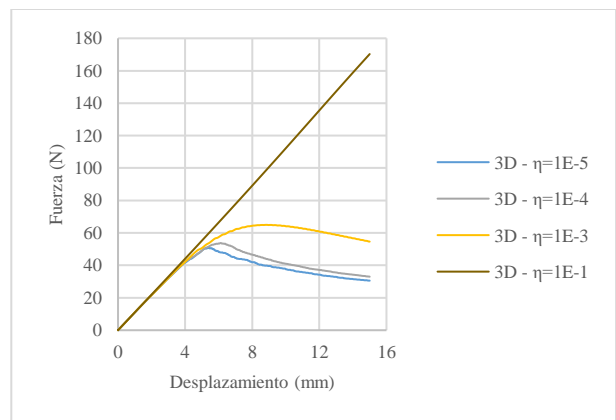


Figura 10. Modelo 3D: Regularización viscosa.

4.4. Estabilización automática

ABAQUS/Standard tiene la opción de activar la estabilización automática, que se trata de una herramienta especialmente útil cuando el problema presenta inestabilidades locales. Sin embargo, como toda herramienta que mejora la convergencia, es necesario validar los resultados. A lo largo de este artículo el factor de amortiguamiento se ha fijado en $c=2 \cdot 10^{-4} \text{ s}^{-1}$, pero es necesario comprobar con cada cambio en los diferentes parámetros que la energía disipada por la estabilización automática (ALLSD) no es demasiado elevada con

respecto a la energía total de deformación. En algunos casos, como es a la hora de aumentar la rigidez de los elementos cohesivos o en los modelos 3D ha sido necesario desactivar esta opción ya que provoca divergencia en los resultados al estar disipando demasiada energía.

4.5. Step de tipo dinámico

Los elementos cohesivos en ABAQUS están optimizados para emplear la formulación explícita dinámica de ABAQUS/Explicit. En este artículo se ha empleado step de ABAQUS de tipo estático general, pero dentro de ABAQUS/Standard también se puede aplicar formulación dinámica implícita. Se ha probado cambiar el tipo de step y se ha observado una mejor convergencia al emplear menos incrementos para resolver el modelo. Además, se ha probado diferentes incrementos máximos tanto para el modelo con step estático como el modelo con step dinámico. Se observa para ambos casos que con un paso lo suficientemente grande la solución diverge de los resultados esperados.

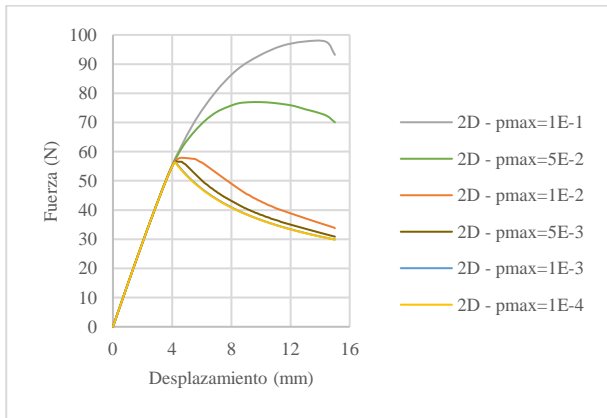


Figura 11. Modelo 2D: Incrementos máximos en estático.

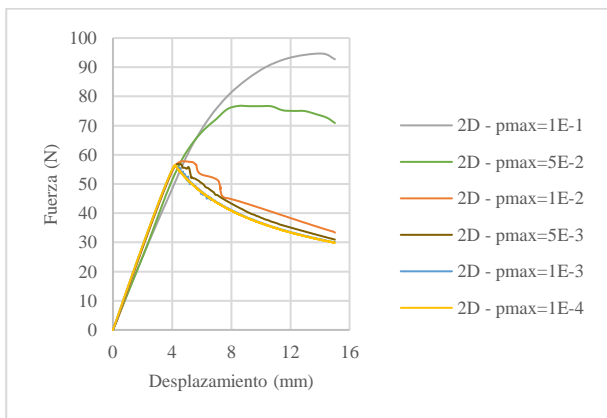


Figura 12. Modelo 2D: Incrementos máximos en dinámico.

5. RESULTADOS Y DISCUSIÓN

Finalmente, con los parámetros seleccionados, se ha comparado los resultados con los obtenidos en los ensayos experimentales.

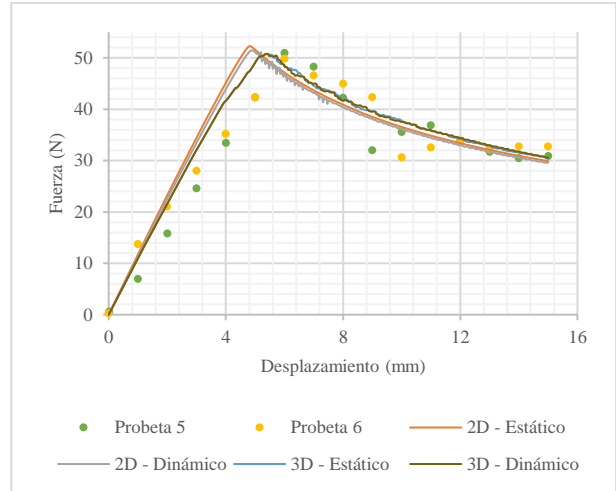


Figura 13. Comparación de resultados finales.

Se puede observar que tras ajustar los parámetros los resultados obtenidos con los diferentes modelos se aproximan a la solución experimental, mostrando un comportamiento más similar el modelo 3D para los mismos parámetros en los diferentes modelos.

Se puede observar que tras ajustar los parámetros los resultados obtenidos con los diferentes modelos se aproximan a la solución experimental, mostrando el modelo 3D (tanto estático como dinámico) un comportamiento más cercano a los resultados experimentales para un mismo conjunto de parámetros en los diferentes modelos.

6. CONCLUSIONES

En este artículo se ha realizado un estudio paramétrico para *Double Cantilever Beam* (DCB) en ABAQUS con el Método de Zona Cohesiva (CZM) para modelar el inicio y propagación de la delaminación. Para la verificación de los resultados se ha realizado ensayos experimentales de DCB y se ha comparado con los resultados numéricos obtenidos. Algunos parámetros han sido obtenidos de estos ensayos experimentales, y otros han sido estimados con ayuda de la literatura. Los modelos desarrollados tienen tanto geometría 2D como 3D, así como step estático y dinámico y elementos cohesivos para simular la delaminación por el método de elementos finitos implícito de ABAQUS/Standard. Entre los parámetros que se han estudiado, cabe destacar la rigidez de los elementos cohesivos (K), la tensión máxima en modo I ($\sigma_{I,max}$), la regulación viscosa (η) y la estabilización automática (c). Se ha comprobado que los valores de rigidez estimados con la literatura dan buenos resultados siempre que se mantengan en unos órdenes de magnitud por encima o por debajo. La tensión máxima no introduce un efecto apreciable en el modelo 2D debido

a la menor dimensión de sus elementos a lo largo de la longitud de la zona cohesiva, efecto que es más notable en el caso 3D al tener unas dimensiones mayores. En cuanto a la regulación viscosa y la estabilización automática, son herramientas que pueden ayudar a mejorar la convergencia, pero hay que vigilar que la energía disipada por estos métodos no sea excesiva, algo que puede suceder con un cambio en cualquiera de los otros parámetros. Con los parámetros ajustados, todos los modelos dan resultados esperables y aproximados a la solución experimental, siendo el 3D (tanto estático como dinámico) el que mejor se ajusta, seguido del 2D dinámico y por último el 2D estático.

AGRADECIMIENTOS

Los autores agradecen al Ministerio de Ciencia e Innovación de España y al programa FEDER por la financiación, dentro del marco del proyecto DPI2017-89197-C2-1-R y DPI2017-89197-C2-2-R y el subprograma asociado de ayudas FPI con referencia PRE2018-086277.

REFERENCIAS

- [1] P.P. Camanho, C.G. Dávila, D.R. Ambur, Numerical Simulation of Delamination Growth in Composite Materials. NASA /TP-2001-211041 (2001).
- [2] T.K. O'Brien, Fracture Mechanics of Composite Delamination. ASM Handbook (2001) 21.
- [3] H.E. Johnson, L.A. Louca, S.E. Mouring, C.N. Calvano, Damage Modeling of Large and Small Scale Composite Panels Subjected to a Low Velocity Impact. HSE Books (2006).
- [4] A. Saryanarayana, P.B. Bogert, P.B. Chunchu, The Effect of Delamination on Damage Path and Failure Load Prediction for Notched Composite Laminates. 48 AIAA Structures, Structural Dynamics and Material Conference (2007).
- [5] M. Alfano, F. Furgiuele, A. Leonardi, C. Maletta, G.H. Paulino, Cohesive Zone Modeling of Mode I Fracture in Adhesive Bonded Joints. Key Engineering Materials (2007) 348-349: 13-16.
- [6] S. Kyongchan, C.G. Dávila, C.A. Rose, Guidelines and Parameter Selection for Simulation of Progressive Delamination. ABAQUS Users'Conference (2008).
- [7] T.A. Travesa, Simulation of Delamination in Composites Under Quasi-Static and Fatigue Loading Using Cohesive Zone Models. PhD Thesis. Universitat de Girona: Girona 2006.
- [8] T. Diehl, Modelling Surface-Bonded Structures with ABAQUS Cohesive Elements: Beam-Type Solutions. ABAQUS Users'Conference (2004).
- [9] ASTM International. D5528-01 Standard Test Method for Mode I Interlaminar Fracture Toughness of Unidirectional Fiber-Reinforced Polymer Matrix Composites. West Conshohocken, PA; ASTM International, 2001.
- [10] A. Turón, P.P. Camanho, J. Costa, C.G. Dávila, A damage model for the simulation of delamination in advanced composites under variable-mode loading. Mechanics of Materials (2006) 38(11): 1072–1089.
- [11] A. Turón, C.G. Dávila, P.P. Camanho, J. Costa, An Engineering Solution for Mesh Size Effects in the Simulation of Delamination Using Cohesive Zone Models. Engineering Fracture Mechanics (2007) 74(10): 1665-1682.
- [12] P.W. Harper, S.R. Hallett, Cohesive zone length in numerical simulations of composite delamination. Engineering Fracture Mechanics (2008) 75(16): 4774–4792.
- [13] A. Hillerborg, M. Modéer, P.E. Petersson, Analysis of Crack Growth in Concrete by Means of Fracture Mechanics and Finite Elements. Cement and Concrete Research (1976) 6(6): 773–781.

PREPARATION AND CHARACTERIZATION OF TERNARY BLENDS USING POLY (LACTIC ACID)

N. Candau^{1,*}, N. León Albiter¹, T. Abt¹, M.L Maspoch¹

¹ Centre Català del Plàstic (CCP), Universitat Politécnica de Catalunya, Barcelona Tech (EEBE-UPC), Av. D'Eduard Maristany, 16, 08019 Barcelona, Spain

* Corresponding author: nicolas.candau@upc.edu

ABSTRACT

The objectives of this investigation are to open a new route for the recycling of Ground Tire Rubber (GTR) and to improve the toughness of the Poly(lactic acid) (PLA), a stiff and strong but brittle bio-based thermoplastic. To comply these objectives, we melt-blended PLA and GTR in an internal mixer. Their compatibilization during the processing were optimized by using (i) Dicumyl peroxide (DCP) as a vulcanizing agent and (ii) natural rubber (NR) to encapsulate the GTR particles. The obtained ternary PLA/GTR/NR blends using micron sized GTR particles and 1.5 phr (per hundred rubber) of DCP was found to render the best tensile and impact properties. Up to a ratio of 1:2 of GTR:NR, the ternary blends maintain the stiffness, the yield strength, the toughness and the impact strength of the ones of the conventional binary PLA/NR blends. The results were ascribed to a good encapsulation allowing a homogeneous distribution of the GTR particles into the NR phase and good compatibility of NR with both PLA and GTR via dynamic vulcanization.

KEYWORDS: Bio-based polymer, wastes rubber, tensile properties, impact properties

Los objetivos de esta investigación consisten en abrir una nueva ruta de reciclaje de residuos de caucho de neumáticos (Ground Tire Rubber, GTR) y mejorar la tenacidad del ácido poliláctico (PLA), un termoplástico de base biológica con límite elástico alto pero frágil. Para cumplir estos objetivos, se han mezclado PLA y GTR en una mezcladora de laboratorio. La compatibilidad entre estos dos polímeros fue optimizada usando peróxido de dicumilo (DCP) como agente de vulcanización y caucho natural (Natural Rubber, NR) para encapsular las partículas de GTR. Las mezclas ternarias obtenidas usando micro-partículas de GTR y 1.5 phr (per hundred rubber) de DCP dieron un módulo elástico, un límite elástico, una tenacidad y una resistencia al impacto similares a los de mezclas más convencionales de PLA/NR. Los resultados fueron atribuidos a una encapsulación eficaz que permite una distribución homogénea de las partículas de caucho reciclado (GTR), y a una buena compatibilidad del NR con el PLA así como el GTR, a través de un proceso de vulcanización dinámica.

PALABRAS CLAVES: polímero bio-basado, caucho reciclado, propiedades mecánicas, propiedades al impacto

INTRODUCTION

The replacement of conventional plastics by bio-based and/or recycled polymers is an ecological, economic and technological challenge [1]. Among the newly developed bio-based materials [2], PLA is one of the most promising owing its stiffness and strength comparable to those of conventional thermoplastics obtained from crude oil such as polyethylene (PE), polypropylene (PP) or polyethylene terephthalate (PET) [3]. However, PLA shows brittle behaviour resulting in a low toughness and impact strength [4]. Several lines of investigations were carried out in order to raise the toughness and impact properties of PLA, including the use of natural fibers [5], reactive compatibilization [6], dynamic vulcanization [7], toughening polymers [8].

Among the developed PLA based thermoplastics elastomers, the blend of PLA with natural rubber (NR) shows several interests. First, PLA/NR is a fully bio-

based thermoplastic elastomer, with PLA originating from the fermentation of plant starch [9] and the natural rubber from the latex of the *Hevea brasiliensis* tree, guayule or dandelion plants [10]. One of the easiest processing of PLA and NR is their physical blending. It generally yields in decrease in the stiffness and strength but an increase of the ductility. Further, compatibilization via dynamic vulcanization was used to improve the tensile and impact properties of PLA-NR blends, especially the impact properties [11]. A 20-folds increase of the impact strength as compared to neat PLA has been achieved via the formation of an NR continuous phase during dynamic vulcanization and the good interface between the rubber phase and PLA supposed to be due to co-crosslinking at PLA-NR interface [12].

In addition to natural rubber, PLA had been blended with wastes rubber, namely ground tire rubber (GTR). PLA/GTR blends have the advantage of being

ecologically viable, using recycled rubber from the pneumatic industry, and at the same time are cost-effective. However, due to the degradability of both PLA via main chain scission [19] and wastes rubber via degradation of polysulfide bonds via reversion [20], the preparation of bio-based plastics and wastes rubber from the pneumatic industry (GTR) has been the subject of only few investigations [13],[14],[15]. Scrap rubber from tires after thermal shock method [13] and frost shattering method [14] were blended with PLA. The introduction of wastes rubber contents higher than 60 % hardly allowed to recover the impact strength of the neat PLA [13], [14]. Waste rubber powder was blended with PLA by using silane agent as compatibilizer. Elastic modulus and strength were found to decrease by adding GTR content, while the strain at fail increased. Additionally, an improvement of the impact strength of a factor 2.5 for an optimal GTR content of 15 wt.% was found as compared to neat PLA [15]. The PLA-GTR blends are promising but they can difficultly combine significant amount of recycled material and high toughness and impact properties, essentially due to aggregation of wastes particles above a certain content (15 wt.%). One route to resolve this conundrum is the design of ternary blends where the fresh rubber is partly substituted by the recycled GTR.

The design of ternary blends incorporating plastics, fresh rubber and wastes rubber has been the subject of wide investigation. The fresh rubber was of different nature, such as natural rubber (NR), ethylene propylene diene monomers (EPDM) or styrene butadiene rubber (SBR). GTR were blended with different types of thermoplastic-elastomers: PP/NR [16], PP/EPDM [17], PE/EPDM [18], PE/SBR [19] is a non-exhaustive list. EPDM substituted by GTR in a 40/60 HDPE/rubber blend resulted in a significant drop of strength and stiffness compared to the reference blend above 50 % substitution of the EPDM. It was indeed found that the co-continuous morphology was not maintained, failing in the encapsulation of the GTR particles, and resulting in a steep fall of mechanical properties [20]. The compatibility of encapsulated wastes rubber into the fresh matrix rubber can be further improved by using dynamic vulcanization.

In spite of the wide amount of literature on TPE using wastes rubber as partial substitute of fresh rubber, to the best of our knowledge, there is no example in the literature of ternary blends aiming to substitute the natural rubber into the PLA/NR blends. In PLA/NR blends, dynamic vulcanization had been shown to result in highly toughened materials [11]. Moreover, dynamic vulcanization had also been used in the design of PLA/GTR blends and showed a beneficial effect on the elastic modulus, strength, toughness and impact strength [21]. In the present study, we prepared PLA/NR/GTR blends using dynamic vulcanization. The partial replacement of the fresh NR by recycled GTR up to a ratio of NR:GTR of 2:1 is shown to maintain the elastic modulus, the tensile strength, the toughness and the

impact properties of the corresponding PLA/NR blends for rubber content varying from 0 to 45 wt.%.

MATERIALS AND EXPERIMENTS

2.1. Materials composition

The PLA2002D® extrusion grade was obtained from NatureWorks. The natural rubber (NR) is an SMR (Standard Malaysian Rubber) CV60 supplied by the company Akrochem. This is a viscosity-controlled natural rubber (Mooney Viscosity ML 1+4, 100 °C: 55-60), with 0,15% of hydroxylamine added to the latex stage to prevent the raw rubber stiffening while storing. Ground tire rubber (GTR) was supplied by the company J. Allcock & Sons Ltd using the transformation of tire buffing into finer rubber crumbs via a controlled cryogrinding. The GTR were provided by the company in a pre-sieved state (<200 µm). They contain 63 wt.% of rubber and 27 wt.% of carbon black (CB). The rubber in GTR is composed of 85 wt.% of natural rubber (NR) and 15 wt.% of Styrene Butadiene Rubber (SBR). The GTR crumbs are free of contaminants such as textile, metal and road dirt, but can contain particles of talc, used during the grinding process. The GTR particles were subsequently sieved using a vibratory sieve shaker (Analysette 3, Germany) with a mesh 230 's (size < 63 µm). Before melt-blend, the PLA was dried overnight in a vacuum oven (Vaciotem-TV, J.P. SELECTA®) to prevent humidity absorption, over silica gel at 70 °C to remove any moisture. The sieved GTR crumbs were dried under the same conditions.

2.2. Materials processing

Melt blending was performed in an internal mixer (Brabender Plastic-Corder W50EHT, Brabender GmbH & Co.) using two counter-rotating screws (roller blade type "W"). After optimisation of the processing conditions, the processing temperature was chosen equal to 170 °C and the rotation speed equal to 60 RPM. The PLA was first added, and an antioxidant (Irganox® 1010, BASF) was used (0.2 wt. % of the total weight of PLA and GTR) to prevent PLA degradation during the blending. After 5 minutes (stabilization of the torque), the NR (in the case of binary blends) or the NR/GTR (in the case of ternary blends) were added. The dicumyl peroxide (DCP) as vulcanizing agent was introduced in the NR or NR/GTR during a mastication step prior the melt-blending (1.5 wt.% of the NR content). The PLA/NR/GTR and PLA/NR blends were then hot-pressed at 1 MPa and 170 °C during 5 minutes in a LAP PL-15 plate press (IQAP Masterbatch SL) using a mask of 1 mm thickness. The plate was subsequently cooled down to room temperature with a cooling rate of 50 °C.min⁻¹.

2.3. Uniaxial Tensile Stretching (UTS)

Dogbone shaped specimens of type 1BA were extracted from hot moulded sheets by die-cutting with a specimen preparation punching machine (CEAST) shortly after the hot moulding process. The specimens were then stored at room temperature for seven days prior to testing in order to simulate industrial storage conditions resulting in a physical aging of the PLA. Uniaxial tensile tests according to the ISO 527 standard were performed on a universal testing machine (SUN 2500, GALDABINI) at room temperature and a constant crosshead speed of 10 mm/min. The machine was equipped with a video extensometer (OS-65D CCD, Minstron). Tensile modulus was measured in the linear elastic regime up to the deformation of 1 %. The tensile strength is calculated as the maximum stress reached after the elastic regime. The strain at break is measured by direct read from the engineering strain-stress curve and the energy at break is calculated as the area under the engineering stress-strain curve until failure.

2.4. Impact-tensile tests

Impact tensile tests have been performed using a swinging pendulum (CEAST 6545, Torino, Italy) having a length $L=374$ mm, assembled with a hammer having a mass of 3,655 kg and a potential energy of 25 J, is released from an angle of 45° and hits the specimen at its lower position with an impact energy of 3,93 J and an impact velocity of 1,47 m/s. The specimen, clamped with a crosshead of 60 g, is submitted to a high-speed tensile load. The tensile-impact strength a_U , defined as the energy absorbed by the specimen until the fracture divided by the initial cross section $A_0=t.b$, with t the thickness and b the width of the sample, has been determined through tensile-impact testing according to the standard ISO 8256. The same type of specimens as for tensile testing has been used (type 1BA), and the tests have been performed two weeks after the processing of the sheets.

RESULTS AND DISCUSSION

Stress-strain tensile curve of neat PLA shows viscoelastic behaviour at low strain (2%) and then followed by a yielding at around 3%. No post-yielding deformation is noted as the PLA rapidly breaks at 3.5% (Figure 1). This brittle behaviour of PLA results from its storage at ambient temperature sufficiently long to cause a ductile to brittle transition due to physical aging. The addition of increasing amount of rubber results in a decreased yield strength, arising from natural rubber and/or wastes rubber particles softening. Moreover, a plastic plateau is observed, indicating the PLA/NR and PLA/NR/GTR blends to be more ductile than the neat PLA.

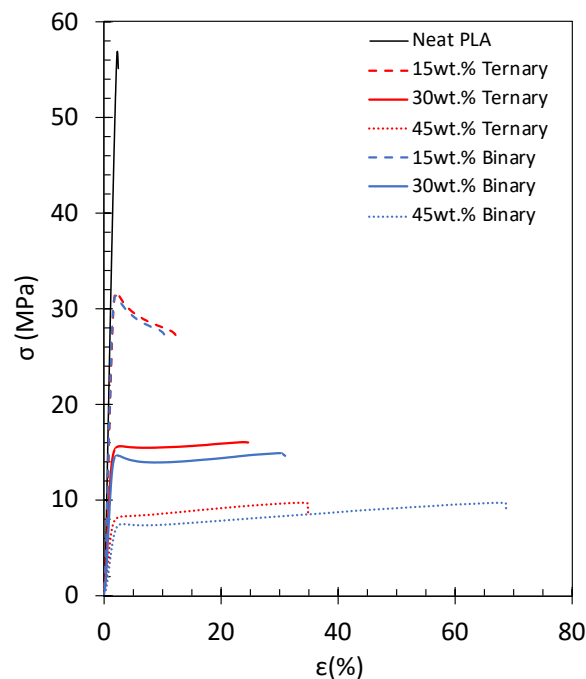


Figure 1. Stress-strain curves of neat PLA, PLA/NR and PLA/NR/GTR blends for different weight fraction of rubber (from 15 to 45 wt.%).

Expectedly, the increasing amount of soft rubber (NR or NR/GTR), resulted in the progressive decrease of the stiffness (Figure 2) and strength (Figure 3). Nonetheless, the elastic modulus in the ternary PLA/NR/GTR blends show slightly higher values as compared to the binary PLA/NR blends at a similar rubber composition. This is likely due to the presence of non-rubber fraction in the GTR (around 50 wt.%), mostly composed by carbon black particles that contribute to elastically reinforce the GTR and by inference the PLA/NR/GTR blends.

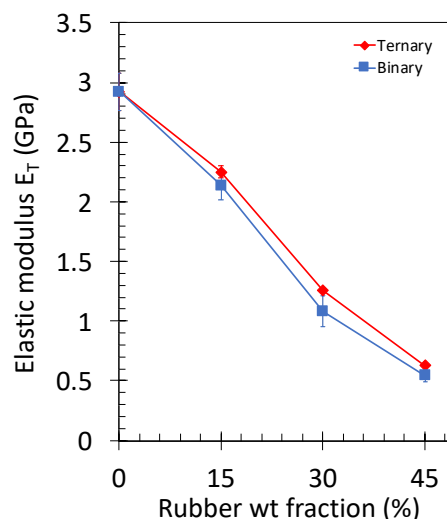


Figure 2. Elastic modulus of PLA/NR blends (square symbols) and of PLA/NR/GTR blends (diamond symbols) for different weight fraction of rubber (from 0 to 45 wt.%).

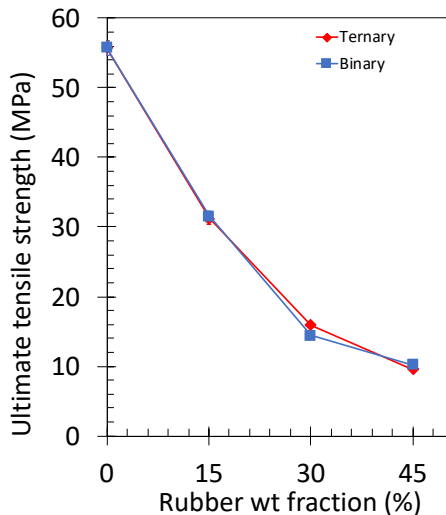


Figure 3. Tensile strength of PLA/NR blends (square symbols) and of PLA/NR/GTR blends (diamond symbols) for different weight fraction of rubber (from 0 to 45 wt.%).

By increasing the rubber content, the strain at break (figure 4) and impact strength (figure 5) are found to increase. Except for the highest quantity of rubber (45 wt.%) the partial replacement of NR (binary) by GTR (ternary) is found to maintain the strain at break of the material. More strikingly, for all rubber contents, the impact strength is found to be slightly higher in the ternary blends using GTR as compared to binary blends, for rubber content of 15 wt.% and 30 wt.%. Values are found similar for the highest rubber content (45 wt.%). This may be explained by the good encapsulation of the GTR particles within the NR matrix as well as the ability of GTR particles to absorb elastic energy in severe loading conditions (impact).

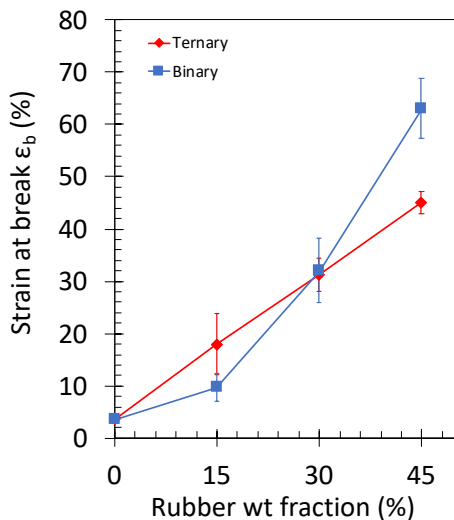


Figure 4. Strain at break of PLA/NR blends (square symbols) and of PLA/NR/GTR blends (diamond symbols) for different weight fraction of rubber (from 0 to 45 wt.%).

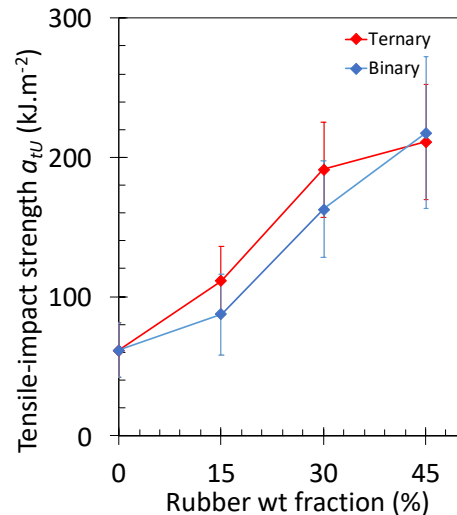


Figure 5. Tensile impact strength of PLA/NR blends (square symbols) and of PLA/NR/GTR blends (diamond symbols) for different weight fraction of rubber (from 0 to 45 wt.%).

CONCLUSION

In this study, we prepared binary PLA/NR and ternary PLA/NR/GTR blends. The compatibilization of the GTR during the processing were optimized by using dicumyl peroxide (DCP) as a vulcanizing agent and natural rubber (NR) to encapsulate the GTR particles. By partly substituting the natural rubber by wastes rubber (with a ratio of 1:2 of GTR:NR), the obtained ternary PLA/GTR/NR blends were found to render similar tensile and impact properties as compared to the binary PLA/NR blends. The results were ascribed to an efficient encapsulation allowing a homogeneous distribution of the GTR particles into the NR phase and a good compatibility of NR with both PLA and GTR via dynamic vulcanization.

ACKNOWLEDGMENTS

The research leading to these results has received funding from the European Union’s Horizon 2020 research and innovation program under the Marie Skłodowska-Curie grant agreement No 712949 (TECNIOspring PLUS) and from the Agency for Business Competitiveness of the Government of Catalonia.

REFERENCES

- [1] European Commission, ‘A European Strategy for Plastics in a Circular Economy’, 2018.
- [2] S. Spierling *et al.*, ‘Bio-based plastics - A review of environmental, social and economic impact assessments’, *Journal of Cleaner Production*, vol. 185, pp. 476–491, Jun. 2018, doi: 10.1016/j.jclepro.2018.03.014.
- [3] R. Wool and X. S. Sun, *Bio-Based Polymers and Composites*. Elsevier, 2011.

- [4] T. Mekonnen, P. Mussone, H. Khalil, and D. Bressler, 'Progress in bio-based plastics and plasticizing modifications', *Journal of Materials Chemistry A*, vol. 1, no. 43, pp. 13379–13398, 2013, doi: 10.1039/C3TA12555F.
- [5] O. Oguz, N. Candau, M. K. Citak, F. N. Cetin, S. Avaz Seven, and Y. Z. Menceloglu, 'A Sustainable Approach to Produce Stiff, Super-Tough, and Heat-Resistant Poly(lactic acid)-Based Green Materials', *ACS Sustainable Chem. Eng.*, vol. 7, no. 8, pp. 7869–7877, Apr. 2019, doi: 10.1021/acssuschemeng.9b00319.
- [6] Y. Feng, Y. Hu, J. Yin, G. Zhao, and W. Jiang, 'High impact poly(lactic acid)/poly(ethylene octene) blends prepared by reactive blending', *Polymer Engineering & Science*, vol. 53, no. 2, pp. 389–396, 2013, doi: <https://doi.org/10.1002/pen.23265>.
- [7] V. Nagarajan, A. K. Mohanty, and M. Misra, 'Perspective on Polylactic Acid (PLA) based Sustainable Materials for Durable Applications: Focus on Toughness and Heat Resistance', *ACS Sustainable Chem. Eng.*, vol. 4, no. 6, pp. 2899–2916, Jun. 2016, doi: 10.1021/acssuschemeng.6b00321.
- [8] J. Cailloux *et al.*, 'Effect of the viscosity ratio on the PLA/PA10.10 bioblends morphology and mechanical properties', *Express polymer letters*, vol. 12, no. 6, pp. 569–582, Jan. 2018, doi: 10.3144/expresspolymlett.2018.47.
- [9] S. Inkinen, M. Hakkarainen, A.-C. Albertsson, and A. Södergård, 'From Lactic Acid to Poly(lactic acid) (PLA): Characterization and Analysis of PLA and Its Precursors', *Biomacromolecules*, vol. 12, no. 3, pp. 523–532, Mar. 2011, doi: 10.1021/bm101302t.
- [10] Y. Ikeda, A. Kato, S. Kohjiya, and Y. Nakajima, *Rubber Science: A Modern Approach*. 2017, p. 220. doi: 10.1007/978-981-10-2938-7.
- [11] D. Yuan, K. Chen, C. Xu, Z. Chen, and Y. Chen, 'Crosslinked bicontinuous biobased PLA/NR blends via dynamic vulcanization using different curing systems', *Carbohydrate Polymers*, vol. 113, pp. 438–445, Nov. 2014, doi: 10.1016/j.carbpol.2014.07.044.
- [12] Y. Chen, D. Yuan, and C. Xu, 'Dynamically Vulcanized Biobased Polylactide/Natural Rubber Blend Material with Continuous Cross-Linked Rubber Phase', *ACS applied materials & interfaces*, vol. 6, Mar. 2014, doi: 10.1021/am5004766.
- [13] C. R. Rios-Soberanis, S. Wakayama, T. Sakai, J. de los Á. Rodríguez-Laviada, and E. Pérez-Pacheco, 'Manufacture of Partially Biodegradable Composite Materials Based on PLA-Tires Powder: Process and Characterization', *International Journal of Polymer Science*, 2013. <https://www.hindawi.com/journals/ijps/2013/514951/> (accessed Jan. 31, 2020).
- [14] T. Sakai, T. Morikiyo, C. R. Rios-Soberanis, S. Yoneyama, and S. Wakayama, 'Effect of Crushing Method of Wasted Tire on Mechanical Behavior on PLA Composites', in *Challenges in Mechanics of Time-Dependent Materials and Processes in Conventional and Multifunctional Materials, Volume 2*, New York, NY, 2013, pp. 85–91. doi: 10.1007/978-1-4614-4241-7_13.
- [15] J. Yang, S. Nie, and J. Zhu, 'A comparative study on different rubbery modifiers: Effect on morphologies, mechanical, and thermal properties of PLA blends', *Journal of Applied Polymer Science*, vol. 133, no. 17, 2016, doi: 10.1002/app.43340.
- [16] S. Al-Malaika and E. J. Amir, 'Thermoplastic elastomers: Part III—Ageing and mechanical properties of natural rubber-reclaimed rubber/polypropylene systems and their role as solid phase dispersants in polypropylene/polyethylene blends', *Polymer Degradation and Stability*, vol. 26, no. 1, pp. 31–41, Jan. 1989, doi: 10.1016/0141-3910(89)90026-8.
- [17] P. Lima, J. Oliveira, and V. Costa, 'Partial replacement of EPDM by GTR in thermoplastic elastomers based on PP/EPDM: Effects on morphology and mechanical properties', *Journal of Applied Polymer Science*, vol. 131, no. 8, 2014, doi: <https://doi.org/10.1002/app.40160>.
- [18] C. R. Kumar, I. Fuhrmann, and J. Karger-Kocsis, 'LDPE-based thermoplastic elastomers containing ground tire rubber with and without dynamic curing', *Polymer Degradation and Stability*, vol. 76, no. 1, pp. 137–144, Jan. 2002, doi: 10.1016/S0141-3910(02)00007-1.
- [19] L. Wang, F. Lang, S. Li, F. Du, and Z. Wang, 'Thermoplastic elastomers based on high-density polyethylene and waste ground rubber tire composites compatibilized by styrene-butadiene block copolymer', *Journal of Thermoplastic Composite Materials*, vol. 27, no. 11, pp. 1479–1492, Nov. 2014, doi: 10.1177/0892705712473628.
- [20] A. K. Naskar, A. K. Bhowmick, and S. K. De, 'Thermoplastic elastomeric composition based on ground rubber tire', *Polymer Engineering & Science*, vol. 41, no. 6, pp. 1087–1098, 2001, doi: <https://doi.org/10.1002/pen.10809>.
- [21] N. Candau, O. Oguz, N. León Albiter, G. Förster, and M. L. Maspoch, 'Poly (Lactic Acid)/Ground Tire Rubber Blends Using Peroxide Vulcanization', *Polymers*, vol. 13, no. 9, Art. no. 9, Jan. 2021, doi: 10.3390/polym13091496.

NUMERICAL ANALYSIS OF THE INFLUENCE OF FIBER DISTRIBUTION ON DAMAGE INITIATION IN CFRP

Miguel Marco¹, Eugenio Giner², M^a Henar Miguélez¹, David González³

¹ Departamento de Ingeniería Mecánica, Universidad Carlos III de Madrid. Avda. de la Universidad 30, 28911 Leganés-España

² Instituto Universitario de Ingeniería Mecánica y Biomecánica (I2MB) - Departamento de Ingeniería Mecánica y de Materiales, Universitat Politècnica de València. Camino de Vera, 46022 Valencia-España

³ AFRC-National Manufacturing Institute Scotland, University of Strathclyde. 85 Inchinnan Drive, Renfrewshire, PA4 9LJ, Glasgow-United Kingdom

RESUMEN

El comportamiento mecánico de los materiales compuestos depende en gran medida de la distribución geométrica de sus fibras. El análisis del daño que aparece en la interfase matriz-fibra y su relación con la distribución de las fibras puede ayudar a mejorar el rendimiento de estos componentes.

En este trabajo, se han desarrollado modelos numéricos 2D de material compuesto reforzado con fibras longitudinales. Se han aplicado condiciones de contorno periódicas para analizar el inicio del daño en la interfase matriz-fibra y establecer una relación con la distribución aleatoria de las fibras. También se ha considerado el efecto del enfriamiento desde la temperatura de fabricación. El análisis de resultados se ha llevado a cabo tanto de una manera global como a nivel local para fibras individuales, analizando las tensiones en la interfase.

Como era de esperar, la distribución aleatoria de fibras tiene un gran efecto sobre el inicio del daño en la interfase. Se han establecido relaciones entre las tensiones normales y de cortadura con el nivel de aleatoriedad de las distribuciones. Se ha comprobado que una menor distancia entre fibras cercanas aumenta el daño en la interfase. La distribución geométrica también afecta a las direcciones en las que aparecen los valores máximos de tensiones.

PALABRAS CLAVE: Interfase fibra-matriz, iniciación de daño, aleatoriedad de la distribución de fibras

ABSTRACT

The mechanical behaviour of composite materials is strongly dependent on the microstructure and fiber distribution. The analysis of the stresses and damage in fiber interfaces and its relationship to the geometrical distribution of the fibers can provide an estimation of the mechanical performance of the composite component.

This work focuses on the development of 2D numerical models of composite material reinforced by longitudinal fibers, making use of periodic boundary conditions. The damage initiation at fiber interfaces is related to the randomness of the distribution. The cooling effect due to temperature variation during the manufacturing process is also accounted for. These analyses have been carried out both as damaged interfaces in the whole structure and for individual fibers, studying the stresses induced at the interface.

As expected, a strong effect of the randomness of the fiber arrangement on the damage initiation has been found. Normal and shear stresses in the fiber interfaces have been analysed and related to the geometric distribution randomness. It is found that the distance between neighbouring fibers affects the normal and shear stress at the interface. The geometrical distribution around individual fibers also affects the directions where maximum shear and normal stresses appear.

KEYWORDS: Fiber-matrix interface, damage initiation, fiber distribution randomness

1. INTRODUCTION

The compressive strength properties in unidirectional carbon fibre-epoxy laminates are often less than 60% of their tensile strengths [1]. The compressive strength is severely affected by the transverse behaviour where microbuckling of the fibers can lead to damage nucleation.

Carbon fiber reinforced polymers (CFRPs) have been studied under longitudinal compression combined with shear conditions in the transverse plane [2]. It was observed that in all combinations of shear and compression considered, microbuckling of the fibers resulted in localized plastic deformation in the matrix in the form of narrow bands. In the case of tensile stresses perpendicular to the fibers cracks appear perpendicular to the tensile axis [3], whereas in the case of compression perpendicular to the fibers, then final failure occurs again by localized plastic deformation in the matrix. In [4], damage has been observed in metal-matrix laminates under shear loading on the transverse plane to the fibers. Hinz et al. [4] concluded that local high stress concentrations due to the fibre arrangement and to small inter-fibre distances have been attributed to be responsible for localized interfacial damage.

The cooling down effect from manufacturing temperature implies residual stresses (RS) (due to the material thermal anisotropy of fiber-matrix composite) that is superimposed on the applied stress during service. As in the case of tensile stresses perpendicular to the fibers, the interfacial failure leads to the formation of a crack perpendicular to the fiber axis. The microstructure can have a great effect on damage initiation in terms of the location of the damage within the microstructure.

Local plasticity and micro voids that may occur at the matrix-fibre interface are difficult to detect experimentally. Thus, a systematic and accurate method is needed to estimate the effect that microstructure has on damage development during loading. In recent years, virtual testing has shown to be promising as an alternative strategy to costly repetitive testing and mechanical behaviour estimation [5].

Numerical studies have shown the strong effect of the interface on the general strength of the composite materials. Fibre-matrix interface defects and micro-voids can also affect the damage initiation in CFRPs. Additionally, the transverse in-plane shear behaviour has been shown to be greatly affected by the fibre-matrix interface strength. However, fewer studies have focused on the effect of other intra-ply properties such as the local fibre distribution, or the thermal expansion mismatches leading to residual stress. The arrangement of fibers when manufacturing CFRPs can play a significant role on fiber debonding under mechanical loading and transverse mechanical behaviour [5]. In this regard, the relationship between the geometrical arrangement fibers

and the interfacial normal stresses under transverse loading has been investigated for CFRPs [6]. It was found that, for an irregular fibre array, the absolute value of the interfacial normal stresses rapidly increases when the distance between fibres is less than 0.5 μm [6]. However, the in-plane shear contribution to damage was not considered nor the evolution of damage initiation as a function of the macroscopic load. In order to find appropriate relationships between microstructure and mechanical properties, we need to understand the effect of geometrical arrangement of fibers on the damage initiation at the interfaces.

In this work, we focus on systematically studying the effect of fiber arrangement on the damage caused by the combination of normal and shear stresses at the interface. The loading is applied after a previous simulation step where residual stresses arising from cooling because of manufacturing temperature are considered. This methodology is employed for the "virtual testing" of a variety of composite microstructures in terms of the randomness of the fiber arrangement. To the best of our knowledge, this is the first time that the effect of randomness on damage initiation and residual stresses due to the cooling are systematically studied in CFRPs using Representative Volume Elements (RVEs).

2. NUMERICAL MODEL

2.1. Material properties and interface damage initiation criteria

The material properties assigned in this work correspond to the AS4/Epoxy 8552 CFRP composite unidirectional laminate. This is a typical composite material and most of its properties can be found in the literature. The elastic and plastic properties of the matrix, fibers and interface can be found through nanoindentation techniques and micromechanical testing. The material properties used for this work are shown in Tables 1 and 2. The fibers are assumed to behave as orthotropic solids with an elastic behaviour. The matrix is modelled as an elasto-plastic rate-independent solid without hardening or softening.

Mechanical properties of the matrix are shown in Table 1, including normal and shear strength, σ_n and τ , respectively.

Table 1. Parameters defining the material behaviour for the 8552 Epoxy matrix and damage interface properties σ_n and τ .

E (GPa)	ν	σ_n (MPa)	τ (MPa)
5.07	0.35	42	63

Table 2. Elastic constants for the AS4 fibers.

E_1 (GPa)	$E_2 = E_3$ (GPa)	$G_{12} = G_{13}$ (MPa)	G_{23} (MPa)
231.6	12.97	11.3	4.45

For the analysis of the damage at the interface we have opted to read the stress values at the Gauss points of the contiguous elements to the interface placed in the matrix, without introducing cohesive elements and therefore without damage modelling. Stresses are analysed in the matrix, since it is the weakest material in the composite. From the interfacial stress values we use a classical failure model for composites (Hashin [7] or Brewer and Lagacé [8]) to estimate interfacial damage, defined as:

$$\left(\frac{t_n}{\sigma_n}\right)^2 + \left(\frac{t_s}{\tau}\right)^2 = 1 \quad (1)$$

where t_n and t_s are normal and tangential stress components of the interface respectively.

2.2. Finite element mesh and boundary conditions

Each of the microstructures studied consists of a 2-dimensional RVE containing 30 fibers. For consistency, we maintain the same number of fibers and the same volume fraction $V_f = 0.5$ for all microstructures. The model has been built using also a periodic microstructure. This implies that a repetition of the unit cell to adjacent edges to the RVE (4 edges in 2D) maintains the macroscopic properties. The model is built as a plane strain problem since we represent a thick specimen with cylindrical fibers aligned normal to the plane of analysis. The RVE including fibers and matrix consists of about 27,000 Abaqus CPE3 single Gauss point elements. The element size is such that leads to about 8 elements in the fiber radius. In this work we refer to what we call segments, element lateral sides in the interface where we calculate the stresses and where we quantify the damage in the interface.

In order to ensure a model set-up with appropriate loading conditions, we have imposed periodic boundary conditions (PBCs) on the edges of the RVE. The simulation also involves cooling from the curing temperature (180°C) to the service temperature (20°C) for AS4/8552 CFRP. This is achieved by applying a change of temperature uniformly in the whole component $\Delta T = -160^\circ\text{C}$. Upon cooling, a thermal residual stress appears owing to the mismatch of the thermal expansion constants of matrix and fibers. After the cooling step, a uniaxial transversal stress is applied to the RVE.

3. RANDOMNESS ARRANGEMENT INDICATOR FOR FIBERS - RAI

An algorithm based on the distances between nearest neighbours fibers has previously been proposed to define the spatial randomness in the virtual microstructures. In the present study, we propose the design of microstructures according to the level of randomness with respect to an ideal hexagonal arrangement (honeycomb pattern). In order to keep consistence, we propose a single parameter that can characterize the level of randomness in each microstructure, based on the minimum distance between centers of neighbouring

fibers. This is achieved by always starting from a honeycomb arrangement and randomly oscillating each fiber in a random direction by a random amount in the interval $\delta d = 10^{-3}L$, where L is the characteristic size of the RVE. We define the *RAI* as the ratio between the distance from any fiber to the nearest neighbour and the distance between adjacent fibers in a honeycomb arrangement. Although several methods can be used to develop a fiber random distribution, with this methodology we are able to control the randomness of the model compared to a hexagonal distribution with $RAI = 0.0$. In addition, we avoid overlapping between fibers due to the random distribution.

$$RAI = \frac{d_0 - d_{min}}{d_0 - D} \quad (2)$$

where d_0 is the initial distance between centers of adjacent fibers in a honeycomb arrangement, d_{min} is the minimum distance between fibers in the random distribution and D is the fiber diameter. Thus, a microstructure with $RAI = 0$ means a perfect honeycomb arrangement, while $RAI = 1$ means the most random arrangement with contact between fibers and intermediate values for *RAI* mean an intermediate randomness. Some distributions with different *RAIs* are shown in Figure 1. Note that considering PBCs when a fiber exceeds one of the limits of the RVE it is included in the opposite side.

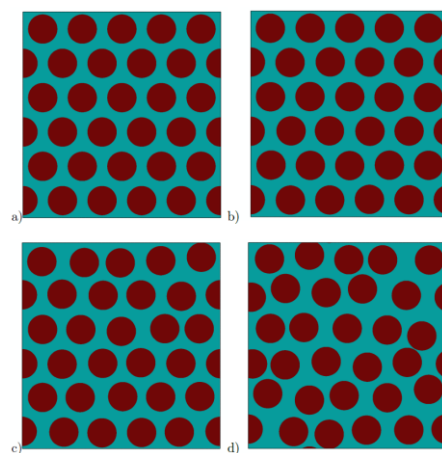


Figure 1. Random distributions developed for different values of the *RAI* parameter. a) $RAI = 0.0$, b) $RAI = 0.10$, c) $RAI = 0.5$, d) $RAI = 0.90$.

4. RESULTS AND DISCUSSIONS

4.1. Residual stress analysis

The results from the cooling effect show that the average stress in the horizontal direction is around $|25 \text{ MPa}|$ in tension and compression for matrix and fibers respectively. Upon loading in tension (Figure 2, applied tension equal to 40.5 MPa), the fibers develop tensile stresses of 30 MPa while the matrix increases the tensile stress to 60 MPa, both with local variations of 10 MPa.

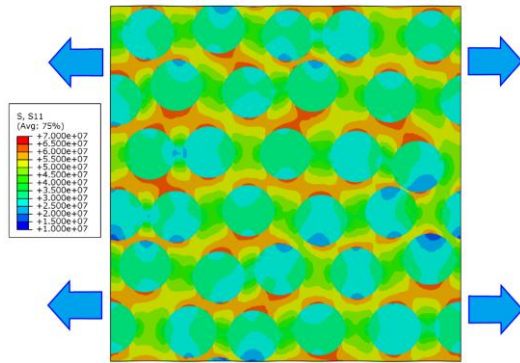


Figure 2. Contour plots with $RAI = 0.9$. Stress field in the loading direction after subsequent loading (stress expressed in Pa; applied stress equal to 40.5 MPa).

4.2. Effect of fiber arrangement randomness on damage initiation

In this section we aim to show the evolution of the interfacial damage as a function of the applied load for each microstructure. As the tensile load is increased, the accumulated damage evolves according to the fraction of damaged segments at the interface. An interfacial segment is considered damaged when Eq. (1) is satisfied. Although the damage criterion is continuous, Figure 3 shows a sharp increase in accumulated damage for all microstructures at about 38-43 MPa. Because we are only estimating the damage initiation and not the propagation, it is essential that the percentage of damaged segments remains small throughout our analyses to ensure the stress field is not significantly redistributed. Thus, we have only studied $RAIs \leq 0.9$ and loads that result in less than 2% of damaged segments. Following this damage initiation criteria, we find that damage has fully initiated for the $RAI = 0.9$ (percentage of damaged segments about 2%) at 40.5 MPa in tension. Henceforth, this load will be considered as values of interest and will be used in the rest of the analysis in this work.

For the honeycomb arrangement ($RAI = 0.0$) we notice that damage appears the latest with the sharpest increase in damage at about 42 MPa for the applied load, which coincides with the normal interfacial strength in 1. As expected, damage generally appears earlier and develops more gradually for higher numbers of RAI . Onset of plasticity is non-existent for any of the microstructures studied in tension. Note the tensile stress required to cause yielding in the homogenized material would be $\sigma_{yt} = 121$ MPa, which is around 3 times greater than the applied 40.5 MPa. Therefore, damage is fully dominated by normal interfacial damage, as will be studied in more detail in following section.

We have also studied the sensitivity to different equivalent random arrangements: three different random distribution models with $RAI = 0.5$ were developed. This means that different equivalent microstructures can produce an equivalent randomness number in Eq. (2). Although not shown for the sake of clarity, we found that

for $RAI = 0.5$, a 10% variability in the fractional accumulated damaged occurs between different equivalent randomly distributed microstructures.

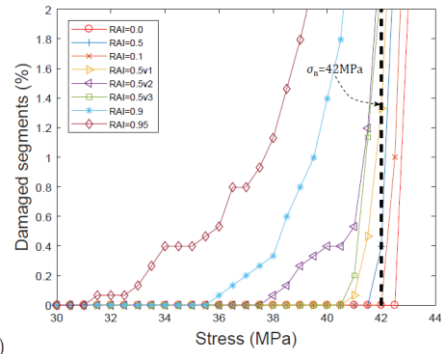


Figure 3. Evolution of the interfacial damage as a function of the applied load under tension.

4.3. Shear and normal components of damage around individual fibers

The aim of this section is to study the normal and shear contributions to interfacial damage. We arbitrarily choose individual fibers that represent the typical damage observed across the fibers, although damage around the other fibers is not shown for clarity purposes. For uniaxial tension in a microstructure with $RAI = 0$, the results shown in Figure 4a show the damage to be highest at 0° and 180° . This is consistent with the results shown in Figure 3, confirming that the damage is almost completely dominated by the interfacial normal contribution. For all fibers in the $RAI = 0$ microstructure there is weak contribution to shear with maximums at $\theta = 45^\circ, 135^\circ, 225^\circ$ and 315° . This is expected macroscopically for uniaxial loading along normal direction to the segment. For a typical fiber with $RAI = 0.9$ microstructure (Figure 4b), damage asymmetry appears in both shear and normal contributions. This is attributed to the local fields imposed by neighbouring fibers as plasticity is non-existent throughout the microstructure. Nevertheless, the normal interfacial damage still fully dominates the damage contribution rather than the shear damage contribution.

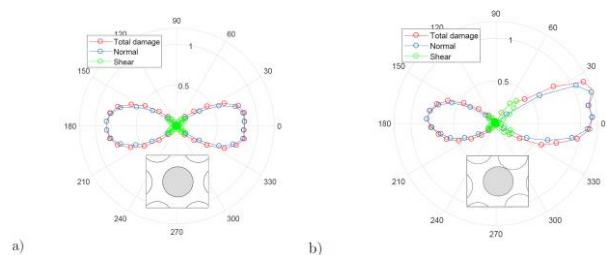


Figure 4. Shear and normal components of damage in polar coordinates in tension ($\sigma = 40.5$ MPa). Results shown for typical fibers in a) hexagonal distribution ($RAI = 0.0$) and b) $RAI = 0.90$.

5. CONCLUSIONS

In this work, the interfacial damage initiation in a composite material reinforced by long fibers has been analysed through a finite element model. The cooling effect from manufacturing temperatures and a systematic random distribution of the fibers has been included in the study. Tension conditions have been analysed for different random distributions.

The microscale model is able to predict residual stresses after cooling from manufacturing temperature and its influence on damage at fiber-matrix interfaces. Only damage initiation has been considered. Residual stresses are caused by heterogeneity in thermal properties and clearly affect to the mechanical behaviour of the whole model, including damage.

Microstructures have been generated according to the level of randomness with respect to the hexagonal arrangement (honeycomb pattern). The level of randomness is characterised by the minimum allowed distance between any two fibers. Using this method, the randomness of the model can be controlled and results are more consistent.

Under tension conditions, the damage appears in the early stages of loading due to local damaged interfaces at neighbouring fibers. The normal interfacial strength dominates the damage initiation of the microstructure and, as expected, the nearness of surrounding fibers increases the interfacial stresses.

ACKNOWLEDGMENTS

The authors gratefully acknowledge the funding support received from the Spanish Ministerio de Ciencia e Innovación and the FEDER operation program for funding the projects DPI2017-89197-C2-1-R and DPI2017-89197-C2-2-R.

REFERENCES

- [1] B. Budiansky, N.A. Fleck, Compressive failure of fibre composites. *Journal of the Mechanics and Physics of Solids* (1993) 41(1): 183–211.
- [2] N.A. Fleck, B. Budiansky, Compressive failure of fibre composites due to microbuckling. In: Dvorak GJ, editor. *Inelastic Deformation of Composite Materials* (1991). Springer New York. 235–273.
- [3] L.P. Canal, C. González, J. Segurado, J. Llorca, Intraply fracture of fiber reinforced composites: Microscopic mechanisms and modelling. *Composites Science and Technology* (2012) 72(11): 1223–1232.
- [4] S. Hinz, T. Oomori, M. Hojo, K. Schulte, Damage characterisation of fibre metal laminates under interlaminar shear load. *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing* (2009) 40(6): 925–931.
- [5] E. Giner, A. Vercher, M. Marco, C. Arango, Estimation of the reinforcement factor ξ for calculating the transverse stiffness E_2 with the Halpin–Tsai equations using the finite element method. *Composite Structures* (2015) 124: 402–408.
- [6] M. Hojo, M. Mizuno, T. Hobbiebrunken, T. Adachi, M. Tanaka, S.K. Ha, Effect of fiber array irregularities on microscopic interfacial normal stress states of transversely loaded UD-CFRP from viewpoint of failure initiation. *Composites Science and Technology* (2009) 69(11): 1726–1734.
- [7] Z. Hashin, Failure criteria for unidirectional fiber composites. *Journal of Applied Mechanics* (1980) 47(2): 329–334.
- [8] A. Brewer, P.A. Lagacé. Quadratic stress criterion for initiation of delamination. *Journal of Composite Materials* (1988) 22: 1141–1155.

ESTUDIO DEL CONTACTO CON RETROCESO ENTRE EL REFUERZO Y EL HORMIGÓN EN EL ENSAYO DE DOBLE CORTANTE PULL-PUSH

Mar Muñoz-Reja*, Luis Távora, Vladislav Mantič

Grupo de Elasticidad y Resistencia de Materiales, Escuela Técnica Superior de Ingeniería
Universidad de Sevilla, Camino de los Descubrimientos s/n, 41092 Sevilla, España
Persona de contacto: mmunozreja@us.es

RESUMEN

El ensayo de doble cortante pull-push (DPPST por sus siglas en inglés) es una configuración de ensayo experimental utilizada para caracterizar el fallo de la unión entre un laminado de material compuesto reforzado con fibra (FRP por sus siglas en inglés) y una superficie de hormigón o fábrica de ladrillo. Debido a su simplicidad, esta configuración es uno de los ensayos más populares para determinar la resistencia tangencial en la unión entre dos sólidos. Uno de los objetivos de la presente investigación es determinar la carga que origina el despegue a lo largo de la interfase en este ensayo, y analizar el efecto de la zona de contacto con retroceso sin fricción en la región no adherida. Para este estudio, se desarrolla una solución analítica para los campos de tensión normal y tangencial a lo largo de la interfase entre los dos sólidos, utilizando un modelo basado en la viga de Timoshenko sobre una distribución de muelles.

PALABRAS CLAVE: CCFM, LEBIM, ensayo a cortante pull-push, contacto con retroceso.

ABSTRACT

The Double Pull-Push Shear Test (DPPST) is an experimental test configuration used to characterize the failure of the joint between a FRP (fibre-reinforced polymer) laminate and a concrete surface. Specifically, this configuration is one of the most popular test methods for determining the shear strength in the bond between two solids due to its simplicity. One of the aims of the present investigation is to determine the load that originates a debond along the interface in this test and to analyse the effect of the frictionless receding contact zone in the debonded region. For this study, an analytical solution for the normal and shear stress fields along the interface between two solids in the DPPS test is developed, considering a Timoshenko beam on elastic foundation.

KEYWORDS: CCFM, LEBIM, Double pull-push shear test, receding contact.

1. INTRODUCCIÓN

La evaluación de la resistencia a cizalladura en las uniones adhesivas ha demostrado ser un tema de interés en los últimos años, y por este motivo, se pueden encontrar en la bibliografía varias configuraciones de ensayos, con el objetivo de caracterizar adecuadamente estas uniones [1, 2].

El ensayo a doble cortante pull-push (DPPS) se puede considerar como una versión modificada del ensayo de unión a doble solape (DLJ por sus siglas en inglés), pero con diferentes condiciones de contorno (ver Fig. 1). El ensayo DPPS se utiliza ampliamente para investigar la adhesión entre un laminado de polímero reforzado con fibra de carbono (CFRP) y un bloque de hormigón o ladrillo de arcilla [3].

Aunque las tensiones normales en la interfase de este ensayo se descuidan en la mayoría de los modelos existentes, algunas investigaciones han demostrado que las tensiones normales a lo largo de la interfase pueden desempeñar un papel importante en el inicio y la propagación

del fallo de la interfase [4, 5, 6, 7], especialmente para pequeñas longitudes de solape.

Además, el campo de tensión en la interfase es sensible a la posición de la zona adherida del refuerzo a lo largo del bloque de hormigón, ver [8], ya que si el refuerzo se une hasta alcanzar el extremo cargado, como se muestra en Fig. 1(a), se producen unas tensiones de compresión muy altas en esta zona. Como consecuencia, se produce una fractura temprana en el bloque de hormigón en forma de sección triangular. Por esta razón, en la mayoría de los ensayos, el refuerzo se une a partir de una cierta distancia del borde cargado del bloque de hormigón, como se muestra en Fig. 1(b). Esta zona normalmente se denomina “zona no unida” o “zona libre”. El objetivo de este estudio es obtener una solución analítica del campo de tensiones en la interfase entre los dos adherentes, teniendo en cuenta la distribución normal de tensiones. Para llevarlo a cabo se han estudiado los dos escenarios diferentes:

- La lámina de refuerzo se une hasta llegar al extremo cargado, Fig. 1(a), es decir, sin borde libre.

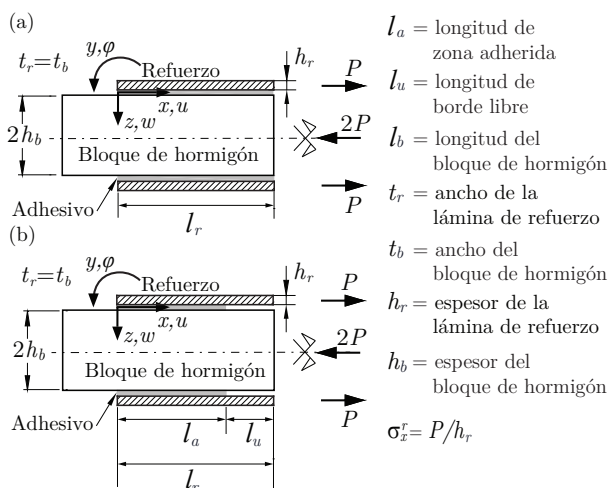


Figura 1: Ensayo a doble cortante pull-push (a) con la lámina de refuerzo adherida hasta el borde cargado del refuerzo, y (b) con la lámina de refuerzo adherida al bloque de hormigón pero con una zona libre l_u cerca del borde cargado.

- La lámina de refuerzo se une sin llegar al extremo cargado, Fig. 1(b), es decir, incluyendo una zona no unida o borde libre.

Este trabajo es la continuación del desarrollado por los mismos autores en [9].

2. MODELO ANALÍTICO DEL CAMPO DE TENSIONES EN LA INTERFASE DEL ENSAYO A DOBLE CORTANTE PULL-PUSH

El modelo desarrollado en esta sección (Fig. 2) utiliza una geometría simplificada que incluye condiciones de contorno de simetría a lo largo del plano medio del bloque de hormigón y se estudia bajo los siguientes supuestos principales:

- Los adherentes se modelan como vigas de Timoshenko. Debido a las condiciones de simetría, el bloque de hormigón está sometido a tensiones normales y puede deformarse a lo largo del eje longitudinal, mientras que los laminados externos de CFRP están sujetos a tensión, flexión y cortante.
- El adhesivo se modela como una interfase elástica de grosor insignificante, es decir, una distribución continua de muelles capaz de transferir tensiones normales y tangenciales. Se supone que estos valores son representativos del campo de tensión en el plano medio del espesor de la capa adhesiva, se desprecian los componentes de tensión restantes en el adhesivo.

- Se considera la hipótesis de deformación plana y un comportamiento lineal-elástico de los adherentes, siendo el refuerzo ortótropo y el bloque isótropo.
- El ancho de los adherentes y el adhesivo son iguales, es decir, $t_r = t_b$.

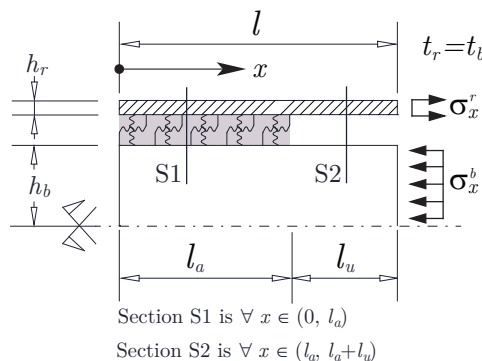


Figura 2: Modelo del ensayo a doble cortante pull-push con una zona de borde libre.

Las ecuaciones que definen los campos de tensiones y desplazamientos en la interfase se obtienen a partir de las ecuaciones de equilibrio, cinemáticas y constitutivas del modelo representado en la Fig. 2. Se debe tener en cuenta que el sistema incluye el estudio de dos zonas diferenciadas cuyas ecuaciones se plantean por separado: S1, zona de interfase sin daños; y S2, zona libre de adhesivo (borde libre). Además, la continuidad de los desplazamientos sobre la lámina de refuerzo, en el punto de intersección entre las dos zonas, se impone utilizando condiciones de contorno adecuadas. Por tanto, el diagrama del sólido libre de un elemento de longitud dx es diferente para cada zona estudiada, representado en Fig. 3(a) para la zona S1 y en Fig. 3(b) para la zona S2.

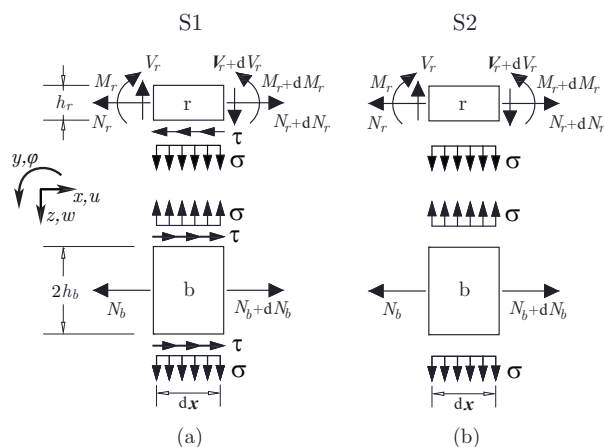


Figura 3: Equilibrio de un elemento infinitesimal del sistema de vigas (a) para la zona S1 y (b) para la zona S2.

2.1. Ecuaciones de gobierno de la zona de interfase sin daños, S1

Haciendo referencia al diagrama del sólido rígido de la zona S1 del elemento de longitud dx , representado en la Fig. 3(a), se pueden escribir las siguientes ecuaciones de equilibrio:

$$\frac{dN_r}{dx} - \tau = 0 \tag{1}$$

$$\frac{dV_r}{dx} + \sigma = 0 \tag{2}$$

$$\frac{dM_r}{dx} - V_r - \frac{h_r}{2}\tau = 0 \tag{3}$$

$$\frac{dN_b}{dx} + 2\tau = 0, \tag{4}$$

donde, N_r , V_r y M_r son el axil, el cortante y el momento de la lámina de refuerzo por unidad de profundidad, respectivamente; N_b es el axil en el bloque de hormigón; σ y τ son las tensiones normales y tangenciales a lo largo de la interfase entre los dos sólidos; y h_r es el espesor de la lámina de refuerzo.

Además, las ecuaciones cinemáticas para la lámina de refuerzo se pueden definir como:

$$\varepsilon_r = \frac{du_r}{dx} \tag{5}$$

$$\chi_r = \frac{d\varphi_r}{dx} \tag{6}$$

$$\gamma_r = \frac{dw_r}{dx} + \varphi_r \tag{7}$$

donde u_r , ε_r , φ_r , χ_r , w_r , y γ_r son el desplazamiento longitudinal, la deformación longitudinal, la rotación de la sección transversal, la curvatura, el desplazamiento transversal y la deformación transversal, respectivamente. Debido a la condición de simetría, la única condición cinemática del bloque de hormigón es:

$$\varepsilon_b = \frac{du_b}{dx} \tag{8}$$

donde u_b es el desplazamiento longitudinal del bloque de hormigón y ε_b la deformación axial del mismo.

Además, asumiendo un comportamiento ortótropo de la lámina de refuerzo [9, 10], se pueden definir las ecuaciones constitutivas del sistema como:

$$\varepsilon_r = \frac{N_r}{E'_r h_r} \tag{9}$$

$$\chi_r = \frac{12M_r}{E'_r h_r^3} \tag{10}$$

$$\gamma_r = K_z \frac{V_r}{G_r h_r} \tag{11}$$

$$\varepsilon_b = \frac{N_b}{2E'_b h_b} \tag{12}$$

donde E'_r es el módulo de elasticidad del refuerzo para la condición de deformación plana para un material ortótropo, E'_b es el módulo de elasticidad del bloque de hormigón para la condición de deformación plana para un material isótropo, G_r es el módulo de cizalladura del refuerzo y K_z es el coeficiente de distorsión de la viga de Timoshenko (6/5, para una sección rectangular).

Como el modelo desarrollado es unidimensional, las cantidades no varían a lo largo de la profundidad del sistema. Por lo tanto, se asume que el ancho de los adherentes y del adhesivo (t_r y t_b) son lo suficientemente grandes para lograr las condiciones de deformación plana de las Eqs. (9) y (12). Además, debido a la delgadez del refuerzo considerado en el ensayo, se podría despreciar la deformación debido al cortante. Sin embargo, se espera que el modelo analítico se aplique también a adherentes exteriores gruesos y, por tanto, se ha considerado la Eq. (11) en aras de la generalidad.

Como la capa adhesiva está modelada por una distribución de resortes, las tensiones normales y tangenciales están directamente relacionadas con sus respectivos desplazamientos relativos, δ_n y δ_t , entre los adherentes:

$$\tau_{S1} = k_t \delta_t = k_t \left(u_r + \varphi_r \frac{h_r}{2} - u_b \right) \tag{13}$$

$$\sigma_{S1} = k_n \delta_n = -k_n w_r \tag{14}$$

donde k_n y k_t representa la rigidez normal y tangencial de la interfase entre los dos sólidos.

Posteriormente, se deriva hasta tres veces la Eq. (13) y hasta dos veces la Eq. (14). Y después de algunas manipulaciones matemáticas, se puede conseguir una ecuación diferencial del campo de tensiones tangenciales (τ_{S1}) de sexto orden [9]:

$$\begin{aligned} \frac{d^6 \tau_{S1}}{dx^6} - \frac{k_n}{E'_r h_r} \left[\frac{k_t}{k_n} \left(\frac{E'_r h_r}{E'_b h_b} + 4 \right) + K_z \frac{E'_r}{G_r} \right] \frac{d^4 \tau_{S1}}{dx^4} \\ + \frac{k_n}{E'_r h_r^2} \left[\frac{12}{h_r} + \frac{k_t K_z}{G_r} \left(\frac{E'_r h_r}{E'_b h_b} + 4 \right) \right] \frac{d^2 \tau_{S1}}{dx^2} \\ - \frac{12k_n k_t}{E_r'^2 h_r^4} \left(\frac{E'_r h_r}{E'_b h_b} + 1 \right) \tau_{S1} = 0 \end{aligned} \tag{15}$$

El campo de tensiones normales en la sección S1 puede obtenerse a partir de la solución de la ecuación anterior, Eq. (15):

$$\sigma_{S1} = \frac{E'_r h_r^2}{6} \left[\left(\frac{1}{E'_b h_b} + \frac{4}{E'_r h_r} \right) \frac{d\tau_{S1}}{dx} - \frac{1}{k_t} \frac{d^3 \tau_{S1}}{dx^3} \right] \tag{16}$$

2.2. Ecuaciones de gobierno en el borde libre del ensayo, zona S2

Las ecuaciones de equilibrio que gobiernan el refuerzo en la zona S2 son muy similares a las de la zona S1, con la

diferencia de que en esta zona no existen tensiones tangenciales. Por tanto, las ecuaciones de equilibrio se escriben siguiendo la misma nomenclatura que la sección anterior:

$$\frac{dN_r}{dx} = 0 \quad (17)$$

$$\frac{dV_r}{dx} + \sigma = 0 \quad (18)$$

$$\frac{dM_r}{dx} - V_r = 0 \quad (19)$$

$$\frac{dN_b}{dx} = 0, \quad (20)$$

Las ecuaciones cinemáticas y constitutivas para esta zona S2 son exactamente las mismas que para la zona S1, tanto para refuerzo como para bloque de hormigón: desde la Eq. (5) a la Eq. (12). Sin embargo, dado que solo hay tensiones normales en la interfase de la zona S2, el comportamiento es:

$$\tau_{S2} = 0 \quad (21)$$

$$\sigma_{S2} = k_n \delta_n = -k_n w_r \quad (22)$$

Al igual que en la sección anterior, si derivamos hasta cuatro veces la Eq. (22) y sustituimos, adecuadamente, las ecuaciones de gobierno de la sección S2, se puede obtener la siguiente ecuación diferencial del campo de tensiones normales en el borde libre:

$$\frac{d^4 \sigma_{S2}}{dx^3} = k_n \left(\frac{-12 \sigma_{S2}}{E_r h_r^3} + \frac{K_z}{G_r h_r} \frac{d^2 \sigma_{S2}}{dx^2} \right) \quad (23)$$

2.3. Condiciones de contorno

Siguiendo los desarrollos descritos en [9], las ecuaciones diferenciales obtenidas en las Eqs. (16) y (23) pueden ser resueltas con diez condiciones de contorno del problema, ya que la ecuación diferencial del campo de tensiones tangenciales en la sección S1 es de sexto grado y la de las tensiones normales en la sección S2 es de cuarto grado. Se debe tener en cuenta, que el momento M_{1-2} y el cor-

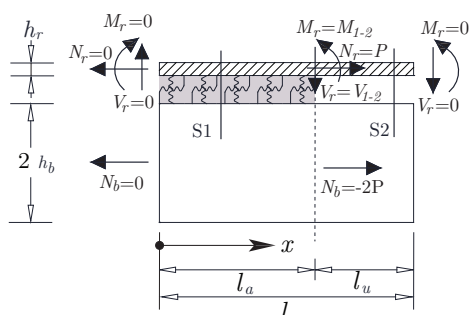


Figura 4: Condiciones de contorno usadas para resolver las ecuaciones de las tensiones en la interfase.

tante V_{1-2} debe ser el mismo evaluado en las ecuaciones

de S1 y en las ecuaciones de S2, garantizando la continuidad de los esfuerzos en el refuerzo.

El sistema propuesto es un sistema general para juntas de doble solape bajo cualquier tipo de carga. Si las cargas aplicadas en los extremos y en la intersección entre dos zonas son las mismas que en la Fig. 4, este sistema resuelve el problema específico del ensayo DPPS.

3. DISTRIBUCIÓN DE TENSIONES CON DIFERENTES LONGITUDES DE ZONA ADHERIDA Y BORDE LIBRE, Y ESTUDIO DEL CONTACTO CON RETROCESO EN EL BORDE LIBRE

Para conocer el comportamiento de las soluciones del campo de tensiones obtenidas en los apartados anteriores, se toman los datos de la Tabla 1 para representar gráficamente las tensiones normales y tangenciales en una interfase específica. Todos los parámetros elegidos se encuentran dentro de unos rangos característicos para este ensayo proporcionados en [11]. Para poder obtener una expres-

Tabla 1: Características mecánicas y geométricas pre-determinadas utilizadas para el análisis del ensayo del DPPS.

	l_b (mm)	h_b (mm)	E_b (GPa)	ν_b	G_b
Hormigón	100	50	30.0	0.20	12.5
	l_r (mm)	h_r (mm)	E_r (GPa)	ν_r	G_r
Refuerzo	100	1.5	135.0	0.30	5
	k_n (MPa/ μ m)	k_t (MPa/ μ m)			
Adhesivo	0.72	0.18			

sión dimensional de la solución del campo de tensiones se utilizan los parámetros adimensionales de la Tabla 2, donde l_{ch} es la longitud característica $l_{ch} = \frac{E_r}{k_n} = 206.04$ mm.

Tabla 2: Parámetros y variables adimensionales.

$\xi = \frac{x}{l_{ch}}$	$\hat{\tau} = \frac{\tau}{P/l_{ch}}$	$\hat{\sigma} = \frac{\sigma}{P/l_{ch}}$
$\lambda = \frac{l}{l_{ch}} = 0.485$	$\eta = \frac{h_r}{l_{ch}} = 0.00728$	
$\zeta = \frac{E_r}{G_r} = 29.67$	$\rho = \frac{E_r h_r}{E_b h_b} = 0.142$	$\kappa = \frac{k_t}{k_n} = 0.25$

La Fig. 5 representa el campo de tensiones normales y tangenciales donde el refuerzo está unido al hormigón a en toda la longitud de la interfase ($l_a = l$). Nótese que, las distribuciones de tensiones representadas en la figura mencionada muestran que los mayores valores de tensión

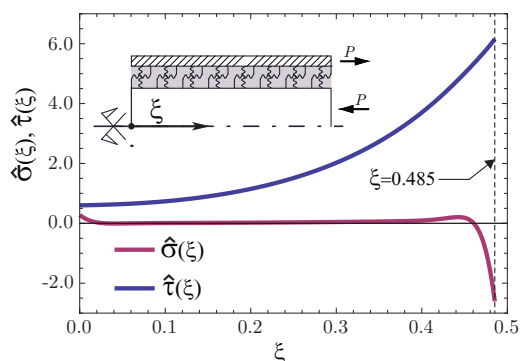


Figura 5: Distribuciones de tensiones normales y tangenciales adimensionales a lo largo de la interfase.

normal y cortante se obtienen en el extremo derecho de la interfase (extremo cargado), coincidiendo con la zona donde se aplican las cargas sobre el bloque de hormigón y laminado, ver Fig. 4. Respecto a la distribución normal de esfuerzos, es interesante notar que existe una fuerte compresión en el extremo derecho pero, a continuación de esa zona de compresión, también aparecen tensiones de tracción en una pequeña zona. Además, también existen tracciones en el extremo no cargado.

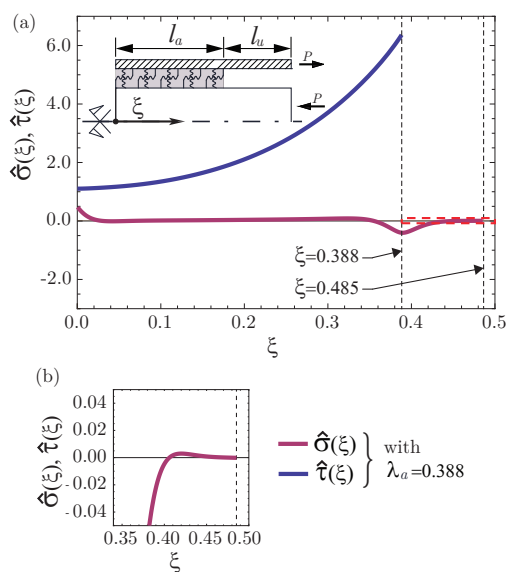


Figura 6: Distribuciones de tensiones normales y tangenciales adimensionales a lo largo de la interfase con $\lambda=0.485$ y $\lambda_a=0.388$ ($l_a=80\text{mm}$).

La Fig. 6 representa el campo de tensiones para un caso donde el borde libre es diferente de cero y donde se puede observar que se produce un levantamiento del extremo cargado. Por esta razón, la Fig. 6(b) muestra esta pequeña zona de tracción que no garantiza adecuadamente el equilibrio en toda la interfase. En realidad, se produce debido a que no se tiene en cuenta un desplazamiento relativo

positivo entre la lamina de refuerzo y el bloque de hormigón. Estos casos en los que la zona de contacto disminuye después de la aplicación de la carga se denominan contacto en retroceso, lo que lleva a la necesidad de utilizar iteraciones numéricas para predecir el tamaño exacto de la zona de contacto [12, 13].

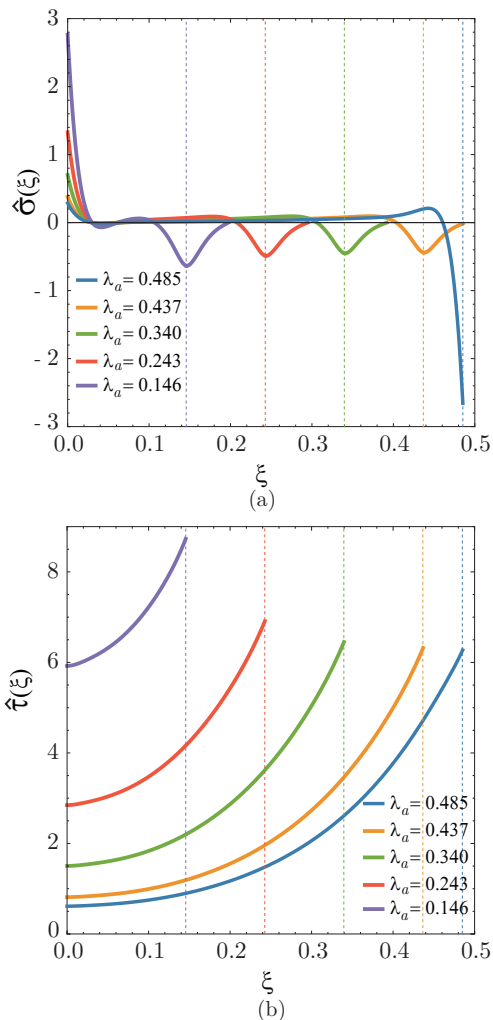


Figura 7: Distribuciones de tensiones normales y tangenciales adimensionales a lo largo de la interfase con $\lambda=0.485$ y cinco longitudes diferentes de zona adhesiva: $\lambda_a=\lambda=0.485$ ($l_a=100\text{mm}$), $\lambda_a=0.437$ ($l_a=90\text{mm}$), $\lambda_a=0.340$ ($l_a=70\text{mm}$), $\lambda_a=0.243$ ($l_a=50\text{mm}$) y $\lambda_a=0.146$ ($l_a=30\text{mm}$).

Tenga en cuenta que el sistema lineal necesario para resolver el sistema de ecuaciones planteado en la sección anterior evalúa dos condiciones de contorno en el extremo cargado del refuerzo, $\xi = \lambda$. No obstante, en los casos de retroceso de contacto, estas condiciones de contorno deben evaluarse en el punto donde comienza el desplazamiento relativo positivo entre el refuerzo y el hormigón. Para obtener este punto se ha utilizado un bucle simple. En la Fig. 7 se pueden observar las distribuciones de ten-

siones normales y tangenciales adimensionales a lo largo de la interfase para cinco longitudes diferente de zona adhesiva. La figura representa la evolución de zona de contacto para un posible crecimiento del fallo de la interfase. Es interesante notar que la zona de contacto no varía sustancialmente, a medida que aumenta el borde libre.

4. CONCLUSIONES

Se ha presentado en este trabajo una solución analítica, basada en la teoría de vigas de Timoshenko, para la distribución del campo de tensiones normales y tangenciales del ensayo a doble cortante pull-push. Esta solución tiene en cuenta la zona de contacto que se produce en el borde libre del ensayo e incluso puede permitir estudiar el avance del daño en la interfase de forma analítica. Aunque este procedimiento está desarrollado para el ensayo DPPS, se puede utilizar para otros tipos de uniones doble cambiando, únicamente, las condiciones de contorno.

5. AGRADECIMIENTOS

Los autores desean agradecer la financiación de la Consejería de Economía y Conocimiento de la Junta de Andalucía y del Fondo de Desarrollo Regional Europeo (Proyecto P18-FR-1928 y Contrato US-1266016-Programa Operativo FEDER Andalucía 2014-2020), de la Junta de Andalucía y del Fondo Social Europeo (Acciones de transferencia del conocimiento AT17-5908-USE), y del Ministerio de Ciencia Innovación y Universidades y del Fondo de Desarrollo Regional Europeo (Proyecto PGC2018-099197-B-I00).

REFERENCIAS

- [1] L. J. Hart-Smith. Adhesive-bonded double-lap joints. Technical report, NASA Contract Report 112235, 1973.
- [2] L. J. Hart-Smith. Adhesive-bonded single-lap joints. Technical report, NASA Contract Report 112236, 1973.
- [3] J. Vaculik, P. Visintin, N.G. Burton, M.C. Griffith and R. Seracino. State-of-the-art review and future research directions for FRP-to-masonry bond research: Test methods and techniques for extraction of bond-slip behaviour. *Construction and Building Materials*, 183:325 – 345, 2018.
- [4] E. Martinelli, C. Czaderski and M. Motavalli. Modeling in-plane and out-of-plane displacement fields in pull-off tests on FRP strips. *Engineering Structures*, 33(12):3715 – 3725, 2011.
- [5] P. Carrara, D. Ferretti, F. Freddi and G. Rosati. Shear tests of carbon fiber plates bonded to concrete with control of snap-back. *Engineering Fracture Mechanics*, 78(15):2663 – 2678, 2011.
- [6] P. Carrara and D. Ferretti. A finite-difference model with mixed interface laws for shear tests of frp plates bonded to concrete. *Composites Part B: Engineering*, 54:329 – 342, 2013.
- [7] C. Czaderski, K. Soudki and M. Motavalli. Front and side view image correlation measurements on FRP to concrete pull-off bond tests. *Journal of Composites for Construction*, 14(4):451–463, 2010.
- [8] C. Mazzotti, M. Savoia and B. Ferracuti. An experimental study on delamination of FRP plates bonded to concrete. *Construction and Building Materials*, 22(7):1409–1421, 2008.
- [9] M. Muñoz Reja, P. Cornetti, L. Távora and V. Mantič. Interface crack model using finite fracture mechanics applied to the double pull-push shear test. *International Journal of Solids and Structures*, 188–189:56–73, 2020.
- [10] L. Távora, V. Mantič, E. Graciani, J. Cañas and F. París. Analysis of a crack in a thin adhesive layer between orthotropic materials. an application to composite interlaminar fracture toughness test. *CMES-Computer Modeling in Engineering and Sciences*, 58(3):247–270, 2010.
- [11] C. Mazzotti, A. Bilotta, C. Carloni, F. Ceroni, T. D’Antino, E. Nigro and C. Pellegrino. *Bond Between EBR FRP and Concrete*, chapter 3, pages 39–96. Springer Netherlands, Dordrecht, 2016.
- [12] J.A. Garrido, A. Foces and F. París. Sobre Problemas de Contacto con Retroceso Usando el Método de los Elementos de Contorno. In *Anales de Ingeniería Mecánica VI*, volume 3, pages 115–122, 1988.
- [13] J.A. Garrido, A. Foces and F. París. B.E.M. applied to receding contact problems with friction. *Mathematical and Computer Modelling*, 15(3–5):143–153, 1997.

ANÁLISIS DEL COMPORTAMIENTO MECÁNICO DEL MATERIAL PLA IMPRESO CON TÉCNICAS FDM.

R. Mantecón, C. Rufo, J. Díaz y H. Miguélez

Departamento de Ingeniería Mecánica. Universidad Carlos III de Madrid
Avenida de la Universidad, 30. Leganés, Madrid. España.

RESUMEN

En este trabajo se muestra un estudio de las propiedades mecánicas del material ácido poliláctico (PLA) en probetas obtenidas mediante técnicas de deposición de fundido (FDM).

Existen numerosos estudios en la literatura enfocados en analizar las propiedades mecánicas del PLA y su relación con los distintos parámetros de fabricación en esta técnica de impresión 3D. En la mayoría de ellos se estudia el efecto de parámetros considerados “clave” como la velocidad de extrusión, la altura de capa y la orientación del filamento. Sin embargo, hay pocos estudios sistemáticos del efecto que tiene el patrón de deposición.

El análisis se centra en la variabilidad de las propiedades mecánicas encontrada en especímenes impresos en PLA manteniendo idénticas las propiedades de impresión (altura de capa, velocidad, orientación) pero siguiendo diferentes patrones de movimiento del extrusor: se estudia la relación entre los tiempos de espera del material hasta que se le deposita la siguiente capa encima y la respuesta mecánica. Se han encontrado disparidades en varios aspectos del comportamiento en ensayos de tracción hasta fractura, en cuanto a tensión de rotura y capacidad de plastificación. Estas diferencias se ven ligadas al gradiente térmico generado entre la capa substrato y la capa depositada..

PALABRAS CLAVE: Impresión 3D, PLA, tensile testing

ABSTRACT

This work shows a study of the mechanical properties of the material Polylactic Acid (PLA) in parts that are obtained through fused deposition modeling (FDM) techniques.

A handful of studies approach the analysis of PLA's mechanical properties by focusing on the different manufacturing parameters of this 3D printing technique. Most of these works assess the influence of some “key” parameters such as extrusion velocity, layer height and raster angle. However, there is little systematic examination of the effect of the deposition pattern.

The center of our research is the variability in mechanical properties observed in PLA specimens printed with constant printing parameters (layer height, velocity, angle) but having the extruder follow different motion patterns: the relationship between the time lapse in the material until the deposition of the following layer and the mechanical response of the piece is inspected. We found dissimilar mechanical behaviors in tensile tests until fracture, focusing on ultimate tensile strength and plastification capacity. These differences are linked to the thermal gradient existing between the substrate layer and the newly deposited layer.

KEYWORDS: 3D printing, PLA, tensile testing

INTRODUCCIÓN

La impresión 3D es una tecnología que ha evolucionado notablemente en los últimos años además de haber aparecido una gran variedad de métodos. De todas estas, el modelado de deposición fundida (fused deposition modeling, FDM, en inglés) destaca por su gran accesibilidad, debido a sus bajos costes. El proceso de funcionamiento de estas máquinas se basa en la deposición de capas de material fundido sobre una plataforma o “cama”, haciendo pasar material termoplástico en forma de hilo a través de un extrusor

capaz de calentarlo hasta fundirlo. De forma similar a otras técnicas de fabricación controladas por ordenador, un código —gcode— indica las trayectorias del cabezal pero con la diferencia de que estas trayectorias van creando la geometría final por adición.

Aunque el FDM emergiera principalmente para prototipado, en algunos campos como la industria de la salud o la aeronáutica se está usando para productos reales en aplicaciones sin responsabilidad estructural. Estos productos están limitados por las desventajas de esta tecnología: baja calidad de impresión en superficie

y comportamiento mecánico pobre. Por esta razón es necesario comprender los procesos y parámetros que introducen gran variabilidad en el comportamiento mecánico de los componentes impresos. [1]-[3]

El comportamiento mecánico y la propia integridad de las piezas impresas en FDM dependen de las muchas variables del proceso: orientación de la impresión, patrones de deposición, temperatura del extrusor y la cama, etc. Debido a esto, muchos autores se han enfocado en estudiarlos, modificando los parámetros con softwares y testando experimentalmente los resultados. Sood et al. [4] analizaron los efectos de parámetros como el número de capas, la orientación de la impresión y el diámetro de deposición. Los resultados mostraron que con el aumento de número de capas, fenómenos como la delaminación o la fractura inter-capas se hacían más predominantes; tanto ángulos de deposición pequeños como mayor diámetro de filamento derivan en mayor tensión a tracción. Lechter y Waytashek [5] estudiaron el comportamiento de probetas impresas en 3D a tracción, flexión y fatiga. De sus resultados se obtiene que la orientación de 45° en piezas de PLA implica mayores límites de resistencia a fatiga y mayor Módulo de Young, mientras que la orientación de 0° tenía mejor comportamiento en flexión. Durgun y Ertan [6] también se centraron en la orientación de la impresión y concluyeron que el mejor comportamiento mecánico se obtenía en orientaciones de 0° o 90°.

Tabla 1. Comparativa de las mejores configuraciones (en términos de orientación de la impresión) según diversos autores.

Mejor patrón observado	Módulo de Young (GPa)	Tensión máxima (MPa)	Referencia
0°	—	46.8 ± 0.99	[7]
0°	1.668	55.86	[8]
45	3.6	64.03	[5]
90°	4.04	46.24	[9]

Por otra parte, Dinwiddie et al. [10] imprimieron tres piezas de distintos tamaños de tal manera que el tiempo de deposición de capa era el doble en cada pieza en comparación con la anterior, asegurándose de que la temperatura de la capa inmediatamente anterior a la depositada no quedara por debajo de la temperatura de transición vítrea del material. Sin embargo, no refirieron resultados en cuanto a la fuerza en dirección Z de las piezas en función de este enfriamiento.

La disparidad de resultados de todos estos estudios, como se ve en la tabla 1, que intentan explicar cómo los

parámetros de impresión influyen en el comportamiento mecánico motiva el estudio aquí presentado en el que se evalúa cómo afecta el gradiente térmico que se puede generar entre la capa sustrato y la capa siendo depositada.

MATERIALES Y MÉTODOS

El estudio que se presenta en este trabajo pretende disociar el layout de la geometría que se imprime del resto de parámetros a la hora de analizar cómo influyen en la respuesta mecánica. Para ello, manteniendo idénticos los parámetros de impresión que se suelen modificar (altura de capa, velocidad de extrusión, orientación del entramado...), se fabricaron probetas dejando distintos tiempos de espera entre cada capa y posicionando el cabezal caliente en distintos lugares relativos a la pieza impresa. Se realizaron probetas de ensayos de tracción con geometrías de acuerdo a la norma UNE-EN ISO 527:2-2012 [11]. Se contemplaron dos posibilidades para la posición del extrusor en los tiempos de espera: *on top*, sobre la probeta, y *away*, en la esquina (0,0) de la superficie de impresión (figura 1). Asimismo, para analizar el efecto de la proximidad de otra pieza caliente, se diseñaron dos tipos de lotes: *single*, lotes individuales con una sola probeta impresa, y *triple*, lotes triples en los que destacamos la probeta central.



Figura 1. Colocación de las probetas y el extrusor para la configuración.

En la figura 1 se muestra la disposición de los elementos en la configuración “Away - Triple”. El cabezal está situado en la esquina inferior izquierda, punto (0,0) de la superficie de impresión. Las probetas del lote triple han sido nombradas tal y como serán referidas posteriormente: el lateral 1 es la probeta más cercana al cabezal y al usuario, y el lateral 2 es la probeta más lejana. En la configuración “Single” solo está la probeta central.

Para llevar a término los ensayos de una forma controlada fue necesario modificar los códigos de impresión. Los códigos de impresión utilizados derivan de los obtenidos del software comercial “Ultimaker Cura”. Los códigos generados de una forma automática no son más que códigos de control numérico que se

generan a partir de unos parámetros de impresión determinados; es decir, incluye información relativa a trayectorias y velocidades del extrusor, temperatura del extrusor, tiempos de espera.... Ya que se pretende cambiar las trayectorias del extrusor, tras obtener los gcodes hubo que modificar líneas de código, añadiendo traslaciones al cero máquina e introduciendo tiempos de espera.

Tabla 2. Relación de probetas diseñadas e impresas para este estudio.

Posición del extrusor en espera	Tiempo de espera	Tipo de lote	Número de lotes
On top	0 segundos	S	3
On top	30 segundos	S	3
On top	1 minuto	S	6
Away	30 segundos	S	5
Away	1 minuto	S	5
Away	30 segundos	T	4
Away	1 minuto	T	4

Las probetas que se enumeran en la tabla 2 fueron impresas con una impresora Ender3 de Creativity. El material de referencia usado en el estudio fue PLA común. Las probetas se ensayaron a tracción en una máquina universal de Instron siguiendo la norma EN-ISO 527:1 2012 [12]. Los resultados referidos de la máquina Instron, fuerza y desplazamiento, se trataron con MatLab para obtener a partir de la geometría de las probetas la tensión y deformación ingenieriles.

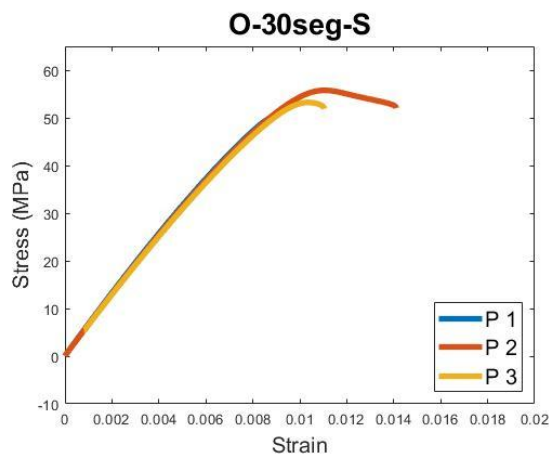
Las curvas obtenidas se muestran en la sección de resultados con las siguientes agrupaciones: por tipo de probeta, para mostrar repetibilidad de resultados; conjuntas según posición del extrusor y tipo de lote, para mostrar el efecto del tiempo de espera; conjuntas según tiempo de espera y tipo de lote, para mostrar el efecto de la proximidad del cabezal; conjuntas según posición del cabezal y tiempo de espera, para mostrar el efecto de la proximidad de otras piezas a temperatura similar.

RESULTADOS

En las curvas de tensión-deformación ingenieriles obtenidas se puede observar que las probetas de un mismo tipo presentan en general un comportamiento elástico prácticamente idéntico. Sin embargo, en algunos casos se aprecia alguna disparidad en la tensión y deformación de rotura. En la figura 2 se muestran las curvas de tensión-deformación ingenieriles para dos

tipos de probetas, comparando la diferencia entre tener el extrusor parado sobre la pieza o lejos en la posición de (0,0). Las curvas, como se mencionaba, evolucionan igual durante la región elástica pero casi ninguna tiene la misma tensión de rotura que otra probeta.

(A)



(B)

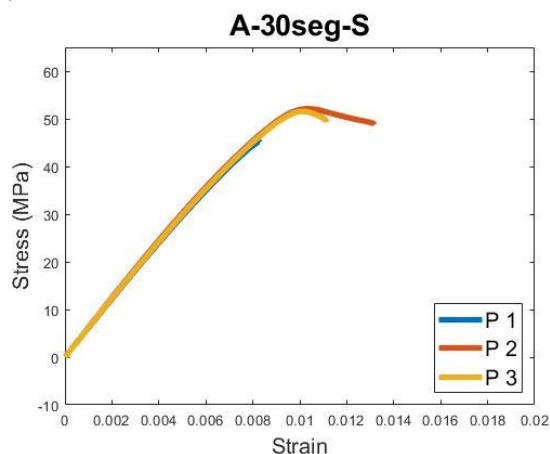


Figura 2. Curvas tensión-deformación ingenieriles para probetas de dos configuraciones: (A) On Top - 30 seg - Single y (B) Away - 30 seg - Single.

En la figura 3 se presentan las curvas para las probetas individuales con espera de 1 minuto entre cada capa. P1, P2 y P3 son tres especímenes de la misma configuración de probeta. En la figura 3A el extrusor se paró sobre la probeta siendo impresa y en la figura 3B se paró en la esquina (0,0) como indicado anteriormente en la figura 1. Nuevamente se repite el comportamiento similar en la región elástica y los diferentes puntos de rotura una vez dentro de la región plástica. De los comportamientos que se observan en las figuras 2 y 3 se puede deducir que la posición del cabezal no tiene un efecto en las propiedades mecánicas de estas piezas. Al estar las probetas al descubierto, sin otras piezas calientes en sus proximidades, el enfriamiento parece ser el mismo e independiente de dónde se sitúe el cabezal de impresión.

Asimismo, como se observa comparando las figuras 2 y 3, en las probetas el tiempo de espera en configuración

“Single” no parece dar lugar a grandes cambios, así como tampoco parece afectar la posición del extrusor. A falta de hacer un análisis estadístico, la disparidad de resultados entre repeticiones parece ser mayor que las diferencias entre tipos de probeta.

esta probeta de modo que la enfría más que lo que el entorno del lateral 2 enfría este. Por ello las probetas del lateral 1 tienen una rotura particularmente frágil, sin que se pueda percibir en sus curvas de comportamiento el cambio de régimen elástico a régimen plástico.

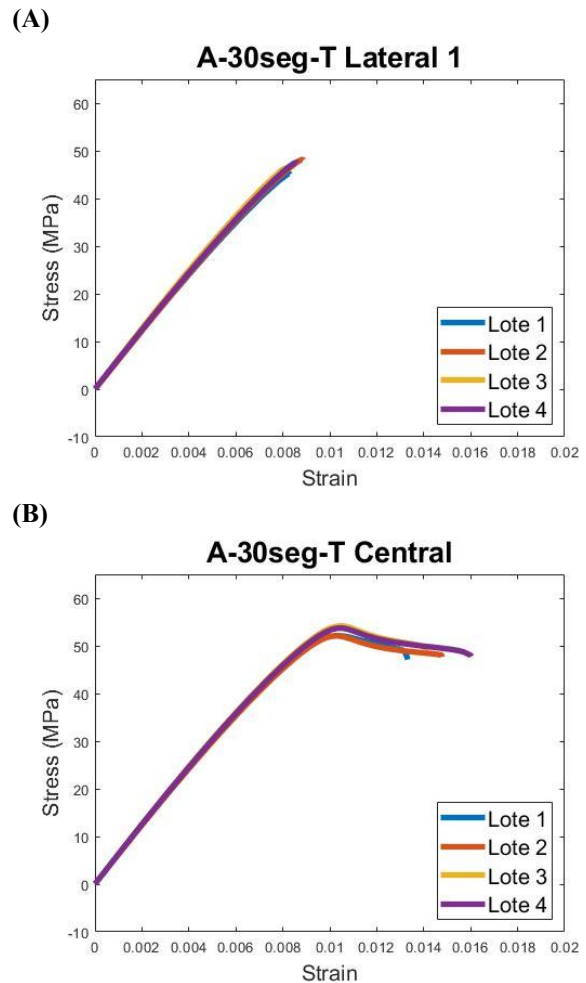
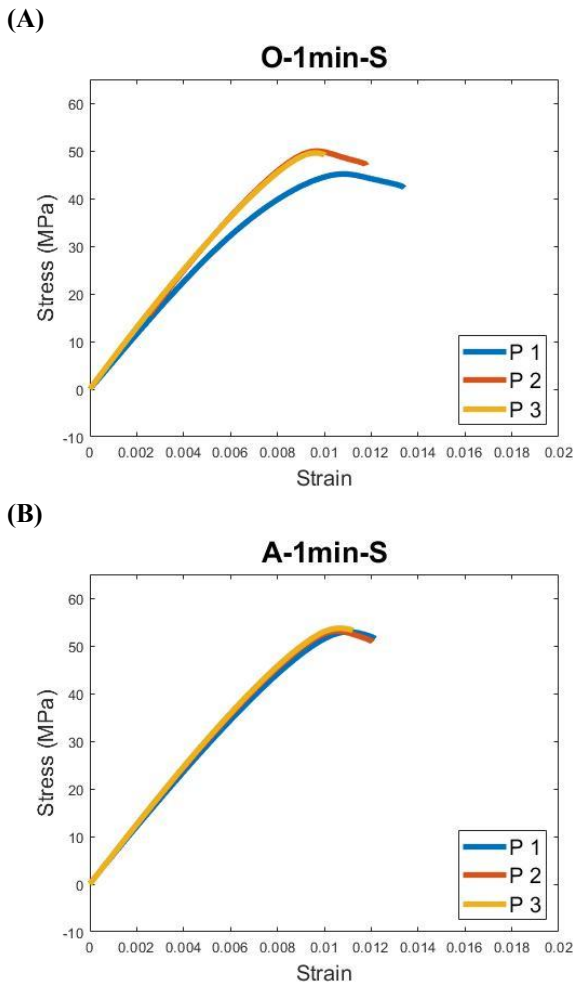


Figura 3. Curvas tensión-deformación ingenieriles para las probetas: (A) On Top - 1 min - Single y (B) Away - 1 min - Single.

Figura 4. Curvas tensión-deformación ingenieriles para las probetas Away - 30 seg - Triple. (A) Lateral 1. (B) Central. (C) Lateral 2.

Se aprecia una diferencia de comportamiento en función de la proximidad de otras piezas calientes, caso que se muestra en la figura 4. Como indicado en la figura 1, distinguimos entre la probeta central, la probeta lateral 1 (la más cercana al usuario) y la probeta lateral 2 (la más lejana al usuario). Si bien se aprecia disparidad con uno de los resultados del lateral de los lotes triples, en rasgos generales la probeta central (que sería la más resguardada del flujo de aire con el entorno) exhibe un comportamiento más dúctil mientras que las probetas de los laterales tienen una rotura más frágil. Esto es particularmente destacable en el caso de los laterales 1, que se corresponden a los más cercanos al extrusor durante la espera –que está posicionado en la esquina (0,0). Una posible explicación a este fenómeno es que el ventilador del cabezal, que tiene como función enfriar el material al ser extruido de modo que pueda depositarse con la forma requerida, crea un flujo de aire cerca de

En el caso de comparar las probetas individuales con las centrales de los lotes triples, que corresponde a la figura 5, también se aprecia el efecto de la proximidad de piezas a temperaturas similares. Las probetas individuales muestran un comportamiento más frágil, con menor deformación de rotura, mientras que las centrales de los lotes triples presentan mayor deformación. Estas observaciones parecen relacionadas con el estudio de Dinwiddie et al. [10]. Analizando la temperatura de la última capa hasta que se depositara nuevo material, determinaron las diferencias de temperatura que se establecen, comprobando siempre que la temperatura de la capa nunca era menor que la temperatura de transición vítrea. En nuestro caso, la temperatura en las probetas individuales llegaría a bajar a puntos cercanos a la temperatura de transición vítrea del material, creando un gradiente térmico mayor con la capa posterior, mientras que las probetas de lote triple al estar más resguardadas mantienen mejor la temperatura a la que fueron depositadas y la diferencia con la temperatura de la nueva capa es bastante menor ergo exhiben un comportamiento más acorde a la respuesta elastoplástica esperada del material.

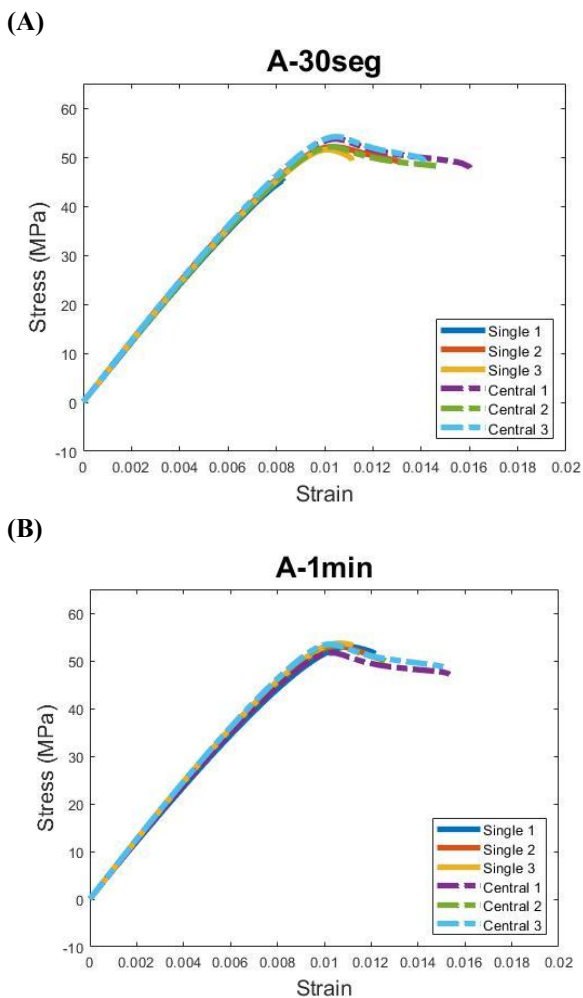


Figura 5. Curvas tensión-deformación ingenieriles comparando las individuales con las centrales de cada lote triple. (A) Away - 30 seg. (B) Away - 1 min.

CONCLUSIONES

De los resultados obtenidos se puede concluir que el enfriamiento de las capas hasta la deposición de la siguiente tiene efectos en cuanto a la tensión y deformación de rotura. Este enfriamiento se ve mitigado con la proximidad de otras partes a temperatura similar, de modo que el comportamiento mecánico de la pieza es más dúctil que cuando está más expuesta al intercambio de calor con el entorno, caso en el que presenta rotura más frágil. Como líneas futuras de trabajo se propone medir la temperatura durante el proceso de impresión y enfriamiento de la pieza para corroborar los resultados de este primer análisis, que pueden aportar un factor más de variabilidad al proceso de impresión 3D.

REFERENCIAS

- [1] X. Wang, M. Jiang, Z. Zhou, J. Gou, and D. Hui, “3d printing of polymer matrix composites: A review and prospective,” *Composites Part B: Engineering*, vol. 110, pp. 442–458, 2017.
- [2] R. Singh and H. K. Garg, “Fused deposition modeling—a state of art review and future applications,” *Reference Module in Materials Science and Materials Engineering*, pp. 1–20, 2016.
- [3] T. D. Ngo, A. Kashani, G. Imbalzano, K. T. Nguyen, and D. Hui, “Additive manufacturing (3d printing): A review of materials, methods, applications and challenges,” *Composites Part B: Engineering*, vol. 143, pp. 172–196, 2018.
- [4] A. K. Sood, R. Ohdar, and S. Mahapatra, “Parametric appraisal of mechanical property of fused deposition modelling processed parts,” *Materials Design*, vol. 31, no. 1, pp. 287–295, 2010.
- [5] T. Letcher and M. Waytashek, “Material property testing of 3d-printed specimen in PLA on an entry-level 3d printer,” in *Volume 2A: Advanced Manufacturing*, American Society of Mechanical Engineers, Nov. 2014.
- [6] I. Durgun and R. Ertan, “Experimental investigation of FDM process for improvement of mechanical properties and production cost,” *Rapid Prototyping Journal*, vol. 20, no. 3, pp. 228–235, Apr. 2014.
- [7] S. R. Shilpesh and D. K. Harshit, “Effect of process parameters on tensile strength of FDM printed PLA part,” *Rapid Prototyping Journal*, vol. 24 no. 8, pp. 1317-1324, Oct. 2018.

- [8] T. Yao, Z. Deng, K. Zhang and S. Li, “A method to predict the ultimate tensile strength of 3D printing polylactic acid (PLA) materials with different printing orientations,” *Composites Part B: Engineering*, vol. 163, pp. 393-402, Apr. 2019.
- [9] Y. Song, Y. Li, W. Song, K. Yee, K.-Y. Lee and V.L. Tagarielli, “Measurements of the mechanical response of unidirectional 3D-printed PLA,” *Materials & Design*, vol 123, pp 154-164, Jun. 2017.
- [10] R. B. Dinwiddie et al., “Infrared imaging of the polymer 3d-printing process,” in *Thermosense: Thermal Infrared Applications XXXVI*, F. P. Colbert and S.-J. Hsieh, Eds., SPIE, Jun. 2014.
- [11] *Plásticos. Determinación de las propiedades en tracción*, UNE-EN ISO 527:2-2012, 2012.
- [12] *Plásticos. Determinación de las propiedades en tracción*, UNE-EN ISO 527:1-2012, 2012.